



NORGE

(19) **[NO]**

[B] (12) **UTLEGNINGSSKRIFT** (11) Nr. 166243

STYRET FOR DET
INDUSTRIELLE RETTSVERN

(51) Int. Cl.⁸ D 06 L 3/16, C 11 D 3/50

(21) Patentsøknad nr. **845149**

(22) Inngivelsesdag 20.12.84

(24) Løpedag 20.12.84

(62) Avdelt/utskilt fra søknad nr.

(71)(73) Søker/Patenthaver **UNILEVER NV,**
Burgemeester s'Jacobplein 1,
NL-3000 DK Rotterdam, NL

(86) Internasjonal søknad nr. -

(86) Internasjonal inngivelsesdag -

(85) Videreføringsdag -

(41) Alment tilgjengelig fra 24.06.85

(44) Utlegningsdag 11.03.91

(72) Oppfinner **ALFRED AUGUST WILHELM ARTHUR HAGEMANN,**
Folkestone, Kent,
GEORGE ARTHUR JOHNSON,
Wirral, Merseyside,
England, GB

(74) Fullmektig Siv.ing. Sigrun E. Græsbøll,
Bryn & Aarflot A/S, Oslo.

(30) Prioritet begjært 22.12.83, GB, nr. 8334159.

(54) Oppfinnelsens benevnelse **BLEKEMIDDELPREPARAT SOM OMFATTER PEROKSYFORBINDELSE
OG DEODORANTPARFYME; SAMT TØYVASKEMIDDEL.**

(57) Sammendrag
Blekestabil deodorant-parfyme omfattende blekestabile
deodorant-parfymekomponenter som bedømmes å være stabile i
nærvær av natriumperborat-tetrahydrat og N,N,N'-tetraacetyl-
etylendiamin (TAED) i henhold til "blekestabilitetstesten",
hvor den blekestabile deodorant-parfyme har en "reduksjons-
verdi for dårlig lukt" på fra 0,25 til 3,0 målt ved
"reduksjonsverditesten for dårlig lukt".

Blekepreparater og vaskeprodukter som inneholder den
blekestabile deodorant-parfyme beskrives også.

(56) Anførte publikasjoner Norsk (NO) patent nr. 150488, 153737,
USA (US) patent nr. 4322308, 4343783, 4347153.

Oppfinnelsen vedrører et blekepreparat som omfatter en peroksy-blekeforbindelse og en deodorant-parfyme. Oppfinnelsen vedrører også et vaskemiddel for vask av tøy. Det henvises spesielt til krav 1 og 6.

Det har lenge eksistert et problem ved sammensetning av preparater for bleking av tekstiler, ved det at den effektive parfymering av slike preparater er vanskelig å oppnå, slik at parfymen holder seg stabil under lagring før bruk, og deretter er tilgjengelig for effektiv utlevering til det blekede tekstil uten at den endres eller ødelegges av blekemidlet.

Den effektive parfymering av tekstiler som allerede er bleket og vasket, kan naturligvis oppnåes ved inkorporering av en egnet parfyme i et tøykondisjoneringsmiddel for tilsetning under skylle- eller tørretrinnet etter et bleketrinn, men dette nødvendiggjør innføring av et ekstra trinn i vaskeprosessen, noe som kan være ubekvemt for brukeren.

Deodorant-effektive vaskeprodukter er åpenbart i US-patent nr. 4 304 679. Disse produkter omfatter en ikke-såpeholdig vaskeaktiv forbindelse og et deodorant-preparat som består av materialer som vanligvis anvendes på parfymeområdet, men som er i besittelse av deodorant-potensiale fastslått ved objektive tester. Materialer som passerer minst én av disse tester klassifiseres i henhold til sin kjemiske struktur og sine egenskaper, og det kombineres i henhold til et sett av regler for tilveiebringelse av et deodorant-preparat hvis deodorant-effektivitet selv fastslåes ved en subjektiv paneltest.

Deodorant-effektive såpeprodukter som er spesielt egnet for vasking av tekstiler er åpenbart i norsk patent nr. 150488. Disse såpeprodukter inneholder en vaskeevnebygger og/eller et blekemiddel, såvel som et deodorant-preparat av den type som det er referert til i norsk patentskrift nr. 153737.

Effektiviteten til deodorant-preparater av den type som er referert til i disse to tidligere publikasjoner er testet på uttømmende måte i tøyvaskepulver-produkter som inneholder en ikke-såpeholdig vaskeaktiv forbindelse såvel som et bleke-

166243

2

system som består av natriumperborat-tetrahydrat, som blekemiddel, og N,N,N'-tetraacetyletyldiamin (TAED), som blekeaktivator, og det er vist at mange av de parfymematerialer som deodorant-preparatene består av er ustabile, med et derav følgende tap under lagring av produktet, både hva parfyme- og deodorant-egenskaper angår.

Det gjengis resultater senere i denne beskrivelse (s.10 ff) for å vise ustabiliteten i nærvær av blekemiddel som gjør seg gjeldende hos mange av de parfymematerialer som er identifisert i de ovennevnte patentskrifter, som ellers er i besittelse av deodorant-potensiale. For sammenligningsformål gjengis også resultater som bekrefter blekestabiliteten til de gjenværende parfymematerialer som er identifisert i disse patentskrifter, som ellers er i besittelse av et deodorant-potensiale, i tillegg til andre parfymematerialer som oppviser blekestabilitet, hvis deodorant-potensiale ikke tidligere er blitt rapportert.

Vi har nå oppdaget en spesiell type parfyme som, når den settes til pulveriserte eller granulerte blekepreparater, ikke bare har evne til å holde seg stabil i slike preparater i mange måneder uten særlig tap av duft, men som også gir fra seg denne duft til tøy, spesielt tilsmusset tøy, når dette behandles med blekepreparatene, og å deodorisere det blekede tøy slik at resterende dårlig lukt som assosieres med smusset i vesentlig grad reduseres eller elimineres fullstendig fra tøyet. Vi har også vist at et plagg, for eksempel en skjorte eller vest, som således er behandlet også bevarer evnen til å redusere dårlig kroppslukt når plagget bæres innerst mot huden, hvilket således signaliserer nærvær av den spesielle deodorant-parfyme på plagget, selv etter tørking, strykning og lagring før bruk.

Under forsøkene på å karakterisere dette fenomen er mange hundre parfymematerialer først utsortert med hensyn på sin evne til å vise at de har deodorant-potensiale, og for det annet på grunn av sin evne til å tolerere lagring i nærvær av natriumperborat-tetrahydrat og TAED, som anvendes i noen tøyvaske-produkter. Som et resultat av disse utsorteringstester har det vært mulig å velge en gruppe av blekestabile deodorant-parfymematerialer som er ideelt egnet for sammensetning av

parfyme som det kan hevdes bør være både deodoriserende i karakter og stabile i nærvær av blekemiddel. Som bekreftelse på dette er parfyme som omfatter blekestabile deodorant-parfymematerialer blitt undersøkt med hensyn på sin stabilitet i vaskepulvere som inneholder natriumperborat-tetrahydrat og TAED, og for å fastslå deres evne til å gi vasket tøy kraftige deodorant-egenskaper.

Disse nye parfymen betegnes følgelig heretter som "blekestabile deodorant-parfymen".

I forbindelse med oppfinnelsen benyttes en blekestabil deodorant-parfyme som omfatter deodorant-parfymekomponenter som bedømmes å være stabile i nærvær av natriumperborat-tetrahydrat og N,N,N'-tetraacetyletyldiamin (TAED) i henhold til "blekestabilitetstesten", idet den blekestabile deodorant-parfyme har en reduksjonsverdi for dårlig lukt på fra 0,25 til 3,0, målt ved verditesten for reduksjon av dårlig lukt.

Mer spesielt benyttes ved oppfinnelsen en blekestabil deodorant-parfyme som omfatter 50-100 vekt% av blekestabile deodorant-parfymekomponenter og fra 0 til 50 vekt% av ingredienser, idet de nevnte komponenter har en lipoksidase-inhiberende kapasitet på minst 50 % eller et Raoult-variansforhold på minst 1,1, og bedømmes å være stabile i nærvær av natriumperborat-tetrahydrat og N,N,N'-tetraacetyletyldiamin (TAED) i henhold til blekestabilitetstesten, idet de nevnte komponenter er innordnet i én av seks klasser som består av:

- Klasse 1: fenoliske substanser
- Klasse 2: essensielle oljer, ekstrakter, harpikser og syntetiske oljer (betegnet "AB")
- Klasse 3: aldehyder og ketoner
- Klasse 4: nitrogenholdige forbindelser
- Klasse 5: estere
- Klasse 6: alkoholer og etere

forutsatt at hvis en blekestabil deodorant-parfymekomponent kan tilskrives mer enn én klasse, anføres den i den klasse som har det lavere eller laveste nummer; idet komponentene

166243

4

er valgt slik at:

- a) den blekestabile deodorant-parfyme inneholder minst fem forskjellige komponenter;
- b) den blekestabile deodorant-parfyme inneholder komponenter fra minst fire av de seks klasser; og
- c) enhver komponent som er til stede i den blekestabile deodorant-parfyme en konsentrasjon av mindre enn 0,5 vekt% regnet på parfymen elimineres fra kravene i (a) og (b),

idet den blekestabile deodorant-parfyme har en reduksjonsverdi for dårlig lukt på fra 0,25 til 3,0, målt ved reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt, som omfatter følgende trinn:

- i) utvelgelse av stykker av 100 % voluminøst polyester-skjortestoff på 20 cm x 20 cm;
- ii) vasking av de utvalgte tøyestykker i en vaskemaskin med front-ilegg av trommeltype med et uparfymert standard vaskepulver som inneholder følgende ingredienser:

	<u>Vektdeler</u>
Natriumdodecylbenzensulfonat	9
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	4
Natriumtripolyfosfat	33
Alkalisk natriumsilikat	6
Natriumkarboksymetylcellulose	1
Magnesiumsilikat	1
Etylendiamintetraeddiksyre	0,2
Natriumsulfat	15
Vann	10,8

- iii) skylling av de vaskede tøyestykker og tørking for tilveiebringelse av "ubehandlet" tøy;
- iv) vasking på ny av halvparten av de "ubehandlede" tøyestykker i vaskemaskinen med standard vaskepulveret som er blitt tilsatt 0,2 vekt% av en blekestabil parfyme som skal testes, skylling og tørking på ny for tilveiebringelse av "behandlede" tøyestykker;

- v) innsetting av de "behandlede" og "ubehandlede" tøystykker i rene polyester/bomullskjorter i underarmregionen slik at i hver skjorte én underarm-region får en "behandlet" tøyinnsats og den annen underarmregion en "ubehandlet" tøyinnsats i overensstemmelse med et statistisk mønster;
- vi) anbringelse av de skjorter som har innsatsene på et panel av 40 hvite mannlige personer med alder i området fra 20 til 55 år (personene er valgt blant slike som utvikler dårlig kroppslukt i armhulene som ikke er uvanlig sterk og som ikke utvikler en sterkere dårlig kroppslukt i én armhule i forhold til den annen);
- vii) vurdering av den dårlige kroppslukt på tøyinnsatsene etter et tidsrom av 5 timer, hvorved tre erfarne kvinnelige vurderere registrerer den olfaktoriske intensitet av dårlig lukt på en skale som går fra 0 til 5, idet 0 representerer ingen lukt og 5 representerer svært dårlig lukt, idet styrken av lukten i hvert tilfelle relateres for sammenligningsformål med standard-lukter produsert av vandige løsninger av isovalerinsyre i forskjellige konsentrasjoner i henhold til følgende tabell:

<u>Karakter</u>	<u>Luktnivå</u>	<u>Konsentrasjon av vandig isovalerinsyre (ml/l)</u>
0	Ingen lukt	0
1	Svak	0,013
2	Definert	0,053
3	Moderat	0,22
4	Sterk	0,87
5	Svært sterk	3,57

- viii) beregning av gjennomsnittskarakterene for både behandlet og ubehandlet tøy, og subtrahering av gjennomsnittskarakteren for det behandlede tøy fra gjennomsnittskarakteren for ubehandlet tøy slik at man kommer frem til reduksjonsverdien for dårlig

166243

6

lukt for den blekestabile parfyme, idet den bleke-
stabile parfyme betegnes en blekestabil deodorant-
parfyme når dens reduksjonsverdi for dårlig lukt er
fra 0,25 til 3,0;

hvor blekestabilitetstesten omfatter følgende trinn:

- i) dosering av et parfymemateriale inn i det uparfymerte standard vaskepulver og inkubering av det doserte pulver ved 20°C i forseglet beholder i 7 dager;
- ii) oppdeling av det doserte pulver i to porsjoner og tilsetning til hver porsjon natriumperborat-tetrahydrat sammen med enten TAED-granuler eller natriumsulfat (som skal tjene som inert fyllstoff istedenfor TAED) for å tilveiebringe test- og kontrollblandinger med følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>	
	<u>Test- pulver</u>	<u>Kontroll- pulver</u>
Uparfymert standardpulver	76	76
Parfymemateriale som skal testes	0,2	0,2
Natriumperborat-tetrahydrat	13	13
TAED-granuler (65 % TAED)	10,8	-
Natriumsulfat	-	10,8

- iii) inkubering av både test- og kontrollpulver i forseglede beholdere ved 45°C i 7 dager til; og
- iv) vurdering av prøver av test- og kontrollpulverne i henhold til en standard-triangelttest som beskrevet i "Manual on Sensory Testing Methods" publisert av American Society for Testing and Materials (1969), ved hjelp av et panel bestående av 20 vurderere, som er instruert til å bedømme ved hjelp av lukt hvilken av de tre pulver-prøver som er den som skiller seg ut, idet parfymematerialet betegnes som en blekestabil deodorant-parfymekomponent når den som skiller seg ut er korrekt identifisert av ikke mer enn 9 av de 20 vurderere.

Den blekestabile deodorant-parfyme

Karakteriseringen av den blekestabile deodorant-parfyme i henhold til oppfinnelsen byr på vanskeligheter, siden den ikke kan defineres utelukkende på grunnlag av substanser av spesifisert struktur og kombinasjoner i spesifiserte forhold. Allikevel er det oppdaget metoder som gjør det mulig å identifisere de essensielle materialer i den blekestabile deodorant-parfyme ved hjelp av tester.

De essensielle materialer som kreves for å sette sammen en blekestabil deodorant-parfyme er slike som har en lipoksidase-inhiberende kapasitet på minst 50 %, eller slike som har et Raoult-variansforhold på minst 1,1, og som bedømmes å være stabile i nærvær av natriumperborat-tetrahydrat og TAED. Disse egenskaper bestemmes ved hjelp av de følgende tester, som betegnes henholdsvis lipoksidase-testen, morfolintesten og blekestabilitetstesten.

Et stort antall materialer som tilfredsstiller enten lipoksidasetesten eller morfolintesten, eller endog begge tester, og som også bedømmes å være blekestabile i henhold til blekestabilitetstesten, beskrives lengre ut i denne beskrivelse, og disse refereres heretter til som "komponenter", i motsetning til andre materialer som ikke tilfredsstiller disse krav, som det refereres til som "ingredienser". Det skal imidlertid forstås at den blekestabile deodorant-parfyme kan inneholde både "komponenter" og "ingredienser", forutsatt at reglene for å bygge opp parfymen fra forskjellige kjemiske klasser av komponenter, som skal forklares senere, følges.

Lipoksidase-testen

I denne test måles kapasiteten til et materiale med hensyn til å inhibere oksydasjon av linolsyre ved hjelp av lipoksidase (EC1.13.1.13) slik at det dannes et hydroperoksyd.

Vandig 0,2M natriumborat-løsning (Ph 9,0) anvendes som puffer.

En kontrollsubstrat-løsning fremstilles ved å oppløse 2 ml linolsyre i 60 ml absolutt etanol, fortynne med destillert vann til 100 ml og deretter tilsette 100 ml borat-puffer og 300 ml absolutt etanol.

166243

8

En testsubstrat-løsning fremstilles på samme måte som kontrollsubstrat-løsningen med unntakelse av at de 300 ml absolutt etanol erstattes med det samme volum av en 0,5 vekt% løsning i etanol av det materiale som skal testes.

En løsning av enzymet lipoksidase i borat-pufferen og som har en aktivitet i området fra 15 000 til 40 000 enheter pr. ml fremstilles.

Aktiviteten av lipoksidasen med hensyn til å katalysere oksydasjon av linolsyre vurderes først spektrofotometrisk ved hjelp av kontrollprøven. Et automatisk kontinuerlig registrerende spektrofotometer anvendes, og økningen i ekstinksjon ved 234 nm (toppen for hydroperoksyd) måles for å følge oksydasjonsforløpet, idet enzymkonsentrasjonen som anvendes er slik at den gir en økning i optisk densitet (ΔOD) ved 234 nm i området fra 0,6 til 1,0 enhet pr. minutt. Følgende materialer anbringes i to 3 ml kuvetter:

	<u>Kontroll- prøve (ml)</u>	<u>Blind- prøve (ml)</u>
Kontrollsubstrat-løsning	0,10	0,10
Absolutt etanol	0,10	0,10
Borat-puffer	2,75	2,80
Lipoksidase-løsning	0,05	-

Lipoksidase-løsningen settes til kontroll-kuvetten til slutt, og reaksjonen følges umiddelbart spektrofotometrisk i ca. 3 minutter, hvorved økningen i optisk densitet ved 234 nm registreres som en kurve på et diagram.

Kapasiteten til et materiale med hensyn til å inhibere oksydasjon måles deretter ved anvendelse av en prøve som inneholder enzym, substrat og et deodorant-materiale. Følgende ingredienser anbringes i to kuvetter av 3 ml.

	<u>Test- prøve (ml)</u>	<u>Blind- prøve (ml)</u>
Kontrollsubstrat-løsning	0,10	0,10
Absolutt etanol	0,10	0,10
Borat-puffer	2,75	2,80
Lipoksidase-løsning	0,05	-

Lipoksidase-løsningen settes til testprøve-kuvetten

til slutt, og forløpet av reaksjonen følges umiddelbart som tidligere.

Den lipoksidase-inhiberende kapasitet for materialet beregnes deretter ved hjelp av formelen $100 (S_1 - S_2) / S_1$, hvor S_1 er hellingen på kurven som oppnåes med kontrollprøven, og S_2 er hellingen på kurven som oppnåes med test-prøven, og uttrykkes således som % inhibering. Et materiale som gir minst 50 % inhibering i testen refereres i det følgende til som at den har en lipoksidase-inhiberende kapasitet (LIC-verdi) på minst 50 %.

Morfolin-testen

I denne test måles kapasiteten til et materiale med hensyn til å nedsette partial-damptrykket til morfolin mer enn hva som kreves av Raoult's lov. Substanser som gjennomgår kjemisk reaksjon med morfolin, for eksempel aldehyder, skal ansees å være utelukket fra testen.

1 g morfolin innføres i en prøveflaske med kapasitet 20 ml, og flasken påsettes en serum-kappe. Flasken inkuberes deretter ved 37°C i 30 minutter slik at den når likevekt. Gassen i topprommet i flasken analyseres ved at serum-kappen gjennomstikkes med en kapillar-nål gjennom hvilken nitrogen ved 37°C ledes for å øke trykket i flasken med en standard-verdi, og overskuddstrykket injiserer så en prøve fra topprommet inn i gasskromatograf-apparatur, som analyserer den og gir en kromatografisk registrering med en topp som skyldes morfolin. Arealet under denne topp er proporsjonal med mengden av morfolin i prøven.

Fremgangsmåten gjentas under nøyaktig de samme betingelser, men istedenfor morfolin alene med 0,25 g morfolin og det materiale som skal testes (1 g); og også med materialet (1 g) uten morfolin for å sjekke om det gir interferens med morfolin-toppen.

Fremgangsmåten gjentas inntil det oppnås reproducerbare resultater. Arealene under morfolin-toppene måles, og eventuell nødvendig korreksjon på grunn av interferens fra materialet foretas.

En passende apparatur for utførelse av den ovenfor beskrevne metode er en Perkin-Elmer Automatic GC Multifract F40

166243

10

for topprom-analyse. Ytterligere detaljer ved denne metode er beskrevet av Kolb i "CZ-Chemie-Technik", vol 1, No. 2, 87-91 (1972) og av Jentzsch et al i "Z. Anal. Chem." 236, 96-118 (1968).

De målte arealer som representerer morfolin-konsentrasjonen er proporsjonale med partial-damptrykket til morfolinet i flaskens topprom. Hvis A er arealet under morfolin-toppen når bare morfolin testes, og A' er arealet som skyldes morfolin når et materiale er til stede, så får man den relative senkning av partial-damptrykk for morfolin ved hjelp av materialet, med $1 - A'/A$.

I henhold til Raoult's lov, hvis ved en bestemt temperatur partial-damptrykket for morfolin i likevekt med luft over flytende morfolin er p, så er partial-damptrykket p' som øves av morfolin i en homogen væskeblanding av morfolin og materiale ved den samme temperatur $pM/(M+PC)$, hvor M og PC er mol-konsentrasjonene av morfolin og materiale. Derfor er, i henhold til Raoult's lov den relative senkning av morfolinets partial-damptrykk $(p-p')/p$ gitt ved $1-M/(M+PC)$, som under omstendighetene ved testen er $87/(87+m/4)$, hvor m er molekylvekten for parfymematerialet.

Den utstrekning i hvilken blandingens oppførsel avviker fra Raoult's lov er gitt av forholdet

$$\frac{1-A'/A}{87/(87+m/4)}$$

Ovenstående forhold, som det skal refereres til som Raoult-variensforholdet, beregnes fra testresultatene. Hvis et materiale er en blanding av forbindelser, anvendes en beregnet eller eksperimentelt bestemt gjennomsnittlig molekylvekt for m. Et materiale som nedsetter partial-damptrykket for morfolin med minst 10 % mer enn hva som kreves av Raoult's lov er et hvor Raoult-variensforholdet (RVR-verdien) er minst 1,1.

Blekestabilitetstesten

Stabiliteten til parfymematerialer overfor nærvær av et blekepreparat fastslås i henhold til en standard-test som innebærer å eksponere visse individuelle parfymematerialer for

en blanding av natriumperborat-tetrahydrat og TAED i et tøyvaskepulver under standard-betingelser med hensyn til lagring.

For å utføre denne test fremstilles en vaskepulver-basis i henhold til en standard-blåseteknikk slik at det dannes et granulert produkt. Sammensetningen av vaskepulver-basisen er som følger:

	<u>Vektdeler</u>
Natriumdodecylbenzensulfonat	9
C ₁₃₋₁₅ -fettalkohol-7EO	4
Natriumtrifosfat	33
Alkalisk natriumsilikat	6
Natriumkarboksymetylcellulose	1
Magnesiumsilikat	1
Etylendiamin-tetraeddiksyre	0,2
Natriumsulfat	15
Vann (som fuktighet)	10,8

Et utvalgt parfymemateriale inkorporeres deretter ved blanding med en porsjon av det blåste basis-pulver til en sluttkonsentrasjon av 0,2 vekt% regnet på det ferdige produkt, og lagres ved 20°C i en forseglet beholder i én uke under leilighetsvis blanding for å sikre jevn konsentrasjon av parfymematerialet i pulveret. Prøven splittes deretter i to porsjoner, og ytterligere ingredienser blandes inn for å tilveiebringe de følgende test- og kontrollblandinger:

	<u>Vekt/vekt%</u>	
	<u>Test</u>	<u>Kontroll</u>
Vaskepulver-basis	76	76
Parfymemateriale	0,2	0,2
Natriumperborat-tetrahydrat	13,0	13,0
TAED-granuler (65 % TAED)	10,8	-
Natriumsulfat	-	10,8

100 g-prøver av hver kontroll- og testsats av pulver som inneholder et utvalgt parfymemateriale forsegles deretter i beholdere og lagres ved 45°C i 1 uke. Hver prøve vurderes deretter i en triangel-test med tvunget valg i henhold til følgende prosedyre:

166243

12

Tre prøver av pulver, enten én fra test-satsen og to fra kontroll-satsen, eller to fra test-satsen og én fra kontroll-satsen, vurderes deretter av et panel bestående av 20 vurderere som bes om å velge, ved snusing, hvilken av de tre prøver er den som skiller seg ut.

Duften av prøver som inneholder blekestabile parfymematerialer bør være uendret etter inkubering i nærvær av perborat og TAED, og følgelig er det en 1:3 sjanse for at en vurderer velger kontrollen eller testprøven korrekt som den som skiller seg ut.

Prøver som inneholder parfymematerialer som ikke er blekestabile viser en endring av tone eller markert reduksjon i duftintensitet i nærvær av perborat og TAED, og følgelig er det en bedre sjanse enn 2 av 3 for at en vurderer velger kontrollprøven eller testprøven som den som skiller seg ut.

Triangel-testmetoden er beskrevet og diskutert i "Manual on Sensory Testing Methods" publisert av American Society for Testing and Materials (1969).

Resultatene fra hver triangeltest beregnes som følger:

Hvis 10 eller flere av de 20 vurderere velger korrekt den som skiller seg ut av de tre prøver, så bedømmes det parfymemateriale som skal testes å være ustabilt i nærvær av blekemiddel. Hvis imidlertid opptil 9 av de 20 vurderere velger korrekt den som skiller seg ut av tre prøver, så bedømmes det parfymemateriale som skal testes som stabilt i nærvær av blekemiddel.

Klassifisering av deodorant-parfymekomponenter

I tillegg til deres blekestabilitet vil deodorant-parfymekomponentene også bli klassifisert i seks kjemisk definerte klasser. Imidlertid er det, før denne klassifisering defineres mer i detalj, nødvendig først å klargjøre noen av de uttrykk som vil bli anvendt når man innordner visse av parfymekomponentene i en kjemisk klasse. Dette gjøres først ved å beskrive parfymekomponentene på grunnlag av fire kategorier, som hver er angitt nedenunder sammen med eksempler på komponenter som skal innordnes i hver kategori.

1) Enkelte kjemiske forbindelser, naturlige eller syntetiske,

for eksempel iso-eugenol: majoriteten av komponentene er i denne kategori.

- 2) Syntetiske reaksjonsprodukter (reaksjonsprodukter), blandinger av isomerer og eventuelt homologer, for eksempel α -iso-metyl-ionon.
- 3) Naturlige oljer og ekstrakter, for eksempel nellik-bladolje.
- 4) Syntetiske oljer, denne kategori inkluderer materialer som ikke er strengt tatt analoger av naturlige oljer, men er materialer som resulterer fra forsøk på å kopiere eller forbedre visse naturlige oljer, for eksempel Bergamot AB 430 og Geranium AB 76.

Komponenter fra kategoriene (3) og (4) er, selv om de ofte er kjemisk ukarakterisert, kommersielt tilgjengelige.

Hvis et materiale tilføres eller anvendes konvensjonelt for bekvemhet som en blanding, for eksempel p-t-amyloxyheksanon fortynnet med dietylftalat, for formålene med denne beskrivelse er to komponenter til stede, slik at anvendelse av 5 % av en blanding av 1 del av dette keton og 9 deler av dietylftalat er representert som 0,5 % av ketonet og 4,5 % av dietylftalat.

Det er funnet å være fordelaktig, når man setter sammen de mest effektive blekestabile deodorant-parfymen, å anvende komponenter som, såvel som å tilfredsstille lipoksidase- eller morfolin-testen og bedømmes å være blekestabile, tilfredsstiller ytterligere betingelser. Disse betingelser er:

- i) det må være minst fem forskjellige komponenter til stede;
- ii) det må være representert komponenter fra minst fire forskjellige kjemiske klasser (skal defineres nedenunder);
- iii) minst 50 %, fortrinnsvis minst 55 % og helst 60-100 %, i vekt av de blekestabile deodorant-parfymen må omfatte komponenter;
- iv) en komponent ansees ikke å bidra til effektiviteten

166243

14

av den blekestabile deodorant-parfyme hvis den er til stede i parfymen ved en konsentrasjon av mindre enn 0,5 vekt%.

Hver komponent bør tilskrives én av seks klasser. Disse klasser er:

- Klasse 1: fenoliske substanser;
- Klasse 2: essensielle oljer, ekstrakter, harpikser og syntetiske oljer (betegnet "AB");
- Klasse 3: aldehyder og ketoner;
- Klasse 4: nitrogenholdige forbindelser;
- Klasse 5: estere;
- Klasse 6: alkoholer og etere.

Når man innordner en komponent i en klasse, så må de følgende regler iakttas: Hvis komponenten kunne innordnes i mer enn én klasse, så tilskrives komponenten den klasse som opptrer først i den rekkefølge som er angitt ovenfor: for eksempel anbringes metylantranilat, som er en nitrogenholdig forbindelse, i klasse 4, selv om den som ester ellers kunne ha vært plassert i klasse 5. Likeledes plasseres etylsalicylat, som er fenolisk av karakter, i klasse 1 istedenfor klasse 5.

I det følgende angis eksempler på blekestabile deodorant-parfymekomponenter som enten har en lipoksidase-inhiberende kapasitet (LIC-verdi) på minst 50 % eller et Raoult-varians-forhold (RVR-verdi) på minst 1,1, og som i tillegg har en blekestabilitetstest (BST)-panelkarakter på opp til 9, hvilket indikerer at de bedømmes som blekestabile. Deres klasse, molekylvekt (m), LIC- og RVR-verdier og BST-panel-karakterer, bestemt ved de tester som allerede er beskrevet her, er også angitt.

Den nomenklatur som benyttes for de komponenter som er angitt nedenunder og for de parfymeingredienser som fremtrer i parfymereseptene i henhold til eksemplene 1 til 7, er, så langt det er mulig, den som anvendes av Steffan Arctander i "Perfume and Flavour Chemicals (Aroma Chemicals)" Vol. I og II (1969) og "Perfume and Flavour Chemicals (Aroma Chemicals)" Vol. I og II (1969) og "Perfume & Flavour Materials of Natural Origin" (1969) av samme forfatter. Hvis en komponent

eller ingrediens ikke er beskrevet av Arctander, så er enten den kjemiske betegnelse angitt, eller, hvis denne ikke er kjent, så er parfymehusets spesialitetskodenavn gitt. Det bemerkes at syntetiske oljer som er betegnet "AB" er tilgjengelige fra Proprietary Perfumes & Flavours International Limited.

Spesifikke eksempler på parfymekomponenter er:

Klasse 1 - fenoliske substanser

	<u>LIC-verdi</u>	<u>RVR-verdi</u>	<u>m</u>	<u>BST panel-karakter</u>
iso-amylsalicylat	95	1,24	208	9
Carvacrol	32	1,43	150	6
nellik-bladolje	79	1,43	164	5
etylsalicylat	-	1,19	194	7
iso-eugenol	100	1,48	164	4
heksylsalicylat	100	-	222	5
Thyme oil red	55	1,37	150	9

Klasse 2 - essensielle oljer, ekstrakter, harpikser og syntetiske oljer (betegnet "AB")

Bergamot AB 430	58	0,97	175	7
Geranium AB 76	26	1,29	154	6
Rose AB 380	0	1,28	175	9
Rose AB 409	35	1,34	175	8

Klasse 3 - aldehyder og ketoner

6-acetyl-1,1,3,4,4,6-heksametyl-tetrahydronaftalen	100	1,03	258	8
p-t-amyl-cykloheksanon	50	1,10	182	8
2-n-heptylcyklo-pentanon	56	1,05	182	7
α -iso-metyl-ionon	100	1,13	206	7
β -metyl-naftylketon	100	0,96	170	3

166243

16

Klasse 4 - nitrogenholdige forbindelser

	<u>LIC- verdi</u>	<u>RVR- verdi</u>	<u>m</u>	<u>BST panel- karakter</u>
iso-butylkinolin	-	1,10	185	5
metylantranilat	69	1,20	151	6

Klasse 5 - estere

o-t-butylcykloheksylacetat	52	1,08	198	8
dietylfthalat	79	1,20	222	4
nonandiol-1,3-diacetat	33	1,17	244	8
nonanolid-1,4	92	0,87	156	5
i-nonylacetat	50	0,83	186	4
i-nonylformiat	19	1,49	172	8
fenyletylfenylacetat	0	1,22	241	7

Klasse 6 - alkoholer & etere

kanelalkohol	-	1,28	134	9
dimyrcetol	16	1,22	156	9
1,3,4,6,7,8-heksahydro- 4,6,6,7,8,8-heksametyl-cyklo- penta-γ-2-benzopyran	100	-	240	5
hydroksymetyl-isopropyl- cyklopentan	60	1,23	142	8
3a-metyl-dodekahydro-6,6,9a- trimetyl-nafto-2(2,1-b)furan	58	1,30	230	5
tetrahydromuguol	24	1,23	158	8

Eksempler på parfyme-ingredienser som ikke er bleke-
stabile, som følgelig sannsynligvis ikke vil bidra vesentlig
til deodorant-egenskapene ved parfymen når de innblandes i
nærvær av blekematerialer, er som følger:

166243

17

	<u>LIC-verdi</u>	<u>RVR-verdi</u>	<u>m</u>	<u>BST-panel-karakter</u>
benzoin-Siam-resinoid	87	-	-	14
benzylsalicylat	0	1,58	228	17
Bergamot AB 37	58	0,97	175	10
p-t-butylcykloheksyl-acetat	54	0,98	198	10
p-t-butyl- α -metylhydrokanel-aldehyd	74	-	204	13
kumarin	58	1,22	146	10
etylvanillin	100	1,43	152	12
Geranium oil Bourbon	26	1,29	154	10
LRG 201	100	1,21	196	11
Mousse de chene Yugo	98	1,29	182	11
β -naftylmetyleter	100	-	158	11
Opoponax-resinoid	96	1,33	150	11
Patchouli-olje	76	1,25	140	11
Petitgrain-olje	34	1,27	175	11
fenyletylalkohol	22	1,24	122	10
Pimento blad-olje	100	-	165	12
Pomeranzol AB 314	100	-	-	11

Som allerede angitt, bør en blekestabil deodorant-parfyme inneholde minst fem forskjellige blekestabile komponenter. Det er imidlertid mulig, og er faktisk vanligvis fordelaktig, å anvende mer enn fem forskjellige blekestabile komponenter når man lager parfymen. Ideelt lages det meste, om ikke alt, av parfymen av blekestabile deodorant-parfymekomponenter.

Likeledes er det fastslått at minst fire forskjellige klasser av komponenter bør være representert i en blekestabil deodorant-parfyme. Overlegne parfymer kan imidlertid oppnåes hvis mer enn fire klasser er representert. Følgelig kan fortrinnsvis fem eller alle seks klasser være representert i den blekestabile deodorant-parfyme.

Det er vist ved fremstilling, undersøkelse og testing av mange blekestabile deodorant-parfymer at de beste resultater oppnåes hvis man holder seg innen de ovennevnte regler. Eksempelvis er det usannsynlig at blekestabile deodorant-

parfyer som inneholder mindre enn den minimale konsentrasjon av komponenter på 50 %, vil resultere i en parfyme som har en tilstrekkelig deodorant-egenskap uttrykt på grunnlag sin reduksjonsverdi med hensyn til dårlig lukt, som heretter skal defineres.

Det skal forklares at komponenter som er til stede i den blekestabile deodorant-parfyme for andre formål enn å oppnå en deodorant-effekt, for eksempel et slikt hjelpestoff som en antioksydant, utelukkes fra å anvende de foran beskrevne instruksjoner i den utstrekning at komponenten kreves for dette annet formål. De nivåer på hvilke hjelpestoffer konvensjonelt er til stede i parfyer eller i produkter som tilsettes parfyer, er vel-etablerte for konvensjonelle materialer og kan lett bestemmes for nye materialer slik at anvendelse av den ovennevnte ekskludering ikke byr på noen vanskelighet.

Måling av reduksjon av dårlig lukt

Det er en nødvendig egenskap ved den blekestabile deodorant-parfyme som her er beskrevet at den bør tilfredsstille en deodorant-test når den påføres tøy som etterpå bringes i kontakt med menneskehud. Den gjennomsnittlige mengde som dårlig kroppslukt overført til tøyet reduseres med, uttrykkes på grunnlag av den reduksjonsverdi for dårlig lukt som den blekestabile deodorant-parfyme har. Parfyer for anvendelse ved oppfinnelsen har følgelig en reduksjonsverdi for dårlig lukt på fra 0,25 til 3,0. Parfyer som har en reduksjonsverdi for dårlig lukt på under 0,25 ligger utenfor foreliggende oppfinnelses ramme og ansees å være uegnet til å redusere dårlig kroppslukt overført til tøy fra menneskehud, i særlig utstrekning.

Reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt

I denne test måles reduksjonsverdien for dårlig lukt hos en blekestabil deodorant-parfyme ved å vurdere dens effektivitet, når den er påført på tøy, med hensyn til å redusere dårlig kroppslukt når det således behandlede tøy bringes i kontakt med armhulene til et panel av personer og holdes der i et standard-tidsrom. Ut fra påfølgende olfaktorisk vurdering av trenede dommere kan reduksjonsverdien

for dårlig lukt beregnes og således gi et mål for effektiviteten som deodorant hos den blekestabile parfyme som testes.

Fremstilling av tøy behandlet med blekestabil deodorant-parfyme

100 % voluminøst polyester-skjortestoff velges for testen og skjæres i 20 cm x 20 cm kvadrater, som deretter vaskes i en trommel-vaskemaskin med front-ilegg med et standard-uparfymert vaskepulver som inneholder følgende ingredienser:

	<u>Vektdeler</u>
natriumdodecylbenzensulfonat	9
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	4
natriumtripolyfosfat	33
alkali-natriumsilikat	6
natriumkarboksymetylcellulose	1
magnesiumsilikat	1
etylendiamin-tetraeddiksyre	0,2
natriumsulfat	15
vann	10,8

De vaskede tøystykker skylles deretter med kaldt vann og tørkes til slutt. Skjortestoff-kvadratene som således er oppnådd representerer "ubehandlet" tekstil, dvs. tekstil som ikke inneholder parfyme, andre deodorant-materialer, appretur og andre vannløselige substanser som senere på ugunstig måte kunne påvirke reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt.

De ubehandlede stoffstykker deles i to porsjoner, hvorav én ikke blir utsatt for ytterligere vaskebehandling og representerer kontrolltøyet i testen. Den annen porsjon av stoffstykker vaskes på ny i vaskemaskinen med det samme standard-tøy-vaskepulver som er blitt tilsatt 0,2 vekt% av den bleke-stabile parfyme som skal testes. De parfymebehandlede stoffstykker skylles deretter med kaldt vann og tørkes igjen. Skjortestoff-kvadratene som er oppnådd på denne måte representerer "behandlet" tøy, dvs. tøy på hvilket den blekestabile deodorant-parfyme som skal testes er blitt påført.

Utførelse av reduksjonstesten for dårlig lukt

Et team av tre hvite kvinnelige vurderere med alder i området 20-40 år velges for olfaktorisk vurdering på basis av

at hver er istand til korrekt å rangere luktnivåene til seriene av standard vandige løsninger av isovaleriansyre som er oppført i tabell 1 nedenunder, og hver er istand til å sette en tallkarakter, tilsvarende luktintensiteten til én av disse løsninger, for den dårlige kroppslukt på en skjorteinnsats etter at den er blitt båret i armhule-regionen til en mannlig person i et standard-tidsrom.

Et panel bestående av 40 personer for bruk ved testen samles ut fra hvite menn med alder i området 20-55 år. Ved utsortering velges personer som utvikler dårlig kroppslukt i armhulene som ikke er uvanlig sterk og som ikke utvikler en sterkere dårlig kroppslukt i én armhule i forhold til den annen. Personer som utvikler uvanlig sterk dårlig kroppslukt, for eksempel på grunn av kost som inkluderer karri eller hvitløk velges ikke for panelet.

I to uker før testen starter får personene i panelet anvende en uparfymert, ikke-deodorantsåpe for utelukkende bruk under vask og nektes å bruke noen annen type deodorant eller antitranspirasjonsmiddel. Ved slutten av dette tidsrom fordeles de 40 personer vilkårlig i to grupper av 20.

De "behandlede" og "ubehandlede" skjortestoff-stykker klebes deretter inn i 40 rene polyester/bomullskjorter i underarm-regionen på en slik måte at i 20 skjorter festes de ubehandlede (kontroll-)stoffstykker på innsiden av venstre underarm-region, og de "ubehandlede" (test-)stoffstykker festes i høyre underarm-region.

For de gjenværende 20 skjorter gjøres anbringelse av kontroll- og teststykker av stoff omvendt.

De skjorter som har de innklebede stoffinnsatser bæres deretter av de 40 panel-medlemmer i et tidsrom av 5 timer, og i dette tidsrom utfører hvert medlem sin normale arbeidsfunksjon uten unødvendig utfoldelse.

Etter denne fem timers periode fjernes skjortene, og innsatsene tas ut og anbringes i polyetylen-lommer før vurdering av det trenede panel av vurderere.

Intensiteten av dårlig lukt for hver stoffinnsats vurderes av alle tre vurderere som, idet de arbeider uten kjennskap til hvilke innsatser som er "behandlet" og som er

"ubehandlet" og, uten å kjenne de karakterer som er satt av sine kolleger i panelet, snuser på hvert stoffstykke og gir det en karakter tilsvarende styrken av lukten ifølge en skala fra 0 til 5, hvor 0 representerer ingen lukt og 5 representerer svært sterk lukt.

De standard-vandige løsninger av isovaleriansyrer som tilsvarende hver av karakterene 1, 2, 3, 4 og 5 tilveiebringes for referanse for å assistere vurdererne i vurderingen av den dårlige lukt. Disse er vist i tabell 1 nedenunder.

Karakter	Luktnivå	Kons. av vandig isovaleriansyre (ml/l)
0	ingen lukt	0
1	svak	0,013
2	definert	0,053
3	moderat	0,22
4	sterk	0,87
5	svært sterk	3,57

De karakterer som er registrert av hver vurderer for hvert stoffstykke tas til gjennomsnitt av, og gjennomsnittskarakteren for de "behandlede" (test-)stoffstykker utledes fra gjennomsnittskarakteren for de "ubehandlede" (kontroll-)stoffstykker slik at man får reduksjonsverdien for dårlig lukt for den blekestabile deodorant-parfyme.

Som en sjekk på at valget av panel-personer er tilfredsstillende for utførelse av testen bør gjennomsnittskarakteren med kontroll-stoffstykkene være mellom 2,5 og 3,0.

Selv om oppfinnelsen i sitt videste aspekt tilveiebringer blekestabile deodorant-parfyer som har en reduksjonsverdi for dårlig lukt på fra 0,25 til 3,0, er foretrukne blekestabile deodorant-parfyer slike som har en reduksjonsverdi for dårlig lukt på minst 0,30, eller 0,40, eller 0,50, eller 0,60, eller 0,70, eller 1,00. Jo høyere den minste verdi er, desto mer effektiv er den blekestabile parfyme som deodorant som registrert av vurdererne i reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt. Det er også notert at forbrukere, som ikke er trenede vurderere, ved selv-vurdering kan påvise en merkbar

reduksjon i dårlig lukt på tilsmusset stoff, for eksempel skjorter og undertøy, der hvor reduksjonsverdien for dårlig lukt er minst 0,30, idet jo høyere reduksjonsverdien for dårlig lukt er over dette tall, desto mer merkbar er deodorant-effekten.

For oppsummering er definisjonen av en blekestabil deodorant-parfyme basert på to kriterier. For det første omfatter den minst 50 %, fortrinnsvis 55 %, og helst 60-100 %, i vekt av blekestabile deodorant-komponenter, og for det annet bør parfymen som omfatter denne mengde av komponenter være i besittelse av en reduksjonsverdi for dårlig lukt på fra 0,25 til 3,0. Det skal forstås at hvis en slik parfyme inneholder mindre enn 100 vekt% av blekestabile parfymekomponenter, så kan resten av parfymematerialer som er til stede være parfyme-ingredienser. Følgelig kan den blekestabile deodorant-parfyme omfatte 0-50 vekt% av parfyme-ingredienser som kan være ustabile i nærvær av blekesubstanser. Selv om disse ustabile materialer kan miste sine parfymekarakteristikker når de eksponeres for blekesubstanser, er det tilstrekkelig at slike parfymematerialer (dvs. komponenter) som overlever denne eksponering kollektivt har evne til å oppvise en reduksjonsverdi for dårlig lukt på minst 0,25.

Blekepreparater

De blekestabile deodorant-parfymen kan fordelaktig anvendes i et blekepreparat, spesielt et preparat som kan anvendes ved bleking eller vasking av tøy, eller bleking eller rengjøring av harde overflater.

Følgelig tilveiebringer oppfinnelsen også et blekepreparat som omfatter en peroksy-blekeforbindelse, sammen med en aktivator for denne, og en blekestabil deodorant-parfyme som her definert. Fortrinnsvis er peroksy-blekeforbindelsen et uorganisk persalt.

Det uorganiske persalt tjener til å frigi aktivt oksygen i løsning, og aktivatoren for dette er vanligvis en organisk forbindelse som har en eller flere reaktive acylrester, som forårsaker dannelse av persyrer, idet sistnevnte tilveie-

bringer en mer effektiv blekevirkning ved lav temperatur, dvs. i området fra 20 til 60°C, enn hva som er mulig med selve det uorganiske persalt.

Peroksy-blekeforbindelsen og aktivatoren for denne vil normalt sammen utgjøre fra 1 til 99,99 %, fortrinnsvis fra 6 til 95 %, i vekt av blekepreparatet.

Vektforholdet mellom peroksy-blekeforbindelsen og aktivatoren i blekepreparatet kan variere fra 30:1 til 1:1, fortrinnsvis fra 15:1 til 2:1.

Typiske eksempler på egnede peroksybleke-forbindelser er uorganiske persalter, for eksempel alkalimetallperborater, både tetrahydrater og monohyrater, alkalimetallperkarbonater, -persilikater og -perfosfater og blandinger derav. Natriumperborat er det foretrukne uorganiske persalt, spesielt natriumperborat-monohydrat og natriumperborat-tetrahydrat.

Aktivatorer for peroksybleke-forbindelser er beskrevet i litteraturen, inklusive britiske patentskrifter 836 988, 855 735, 907 356, 907 358, 970 950, 1 003 310 og 1 246 339, US-patentskrifter 3 332 882 og 4 128 494, kanadisk patentskrift 844 481 og sørafrikansk patentskrift 68/6344. Spesifikke egnede aktivatorer inkluderer:

- a) N-diacylerte og N,N'-polyacylerte aminer, for eksempel N,N,N'N'-tetraacetylmetylendiamin og N,N,N'N'-tetraacetyl-etylendiamin, N,N-diacetylanilin, N,N-diacetyl-p-toluidin; 1,3-diacylerte hydantoiner, for eksempel 1,3-diacetyl-5,5-dimetylhydantoin og 1,3-dipropionylhydantoin; α -acetoksy-(N,N')-polyacylmalonamid, for eksempel α -acetoksy-(N,N')-diacetylmalonamid;
- b) N-alkyl-N-sulfonylkarbonamider, for eksempel forbindelsene N-metyl-N-mesyl-acetamid, N-metyl-N-mesyl-benzamid, N-metyl-N-mesyl-p-nitrobenzamid og N-metyl-N-mesyl-p-metoksybenzamid;
- c) N-acylerte cykliske hydrazider, acylerte triazoner eller urazoler, for eksempel monoacetylmaleinsyre-hydrazid;
- d) O,N,N-trisubstituerte hydroksylaminer, for eksempel O-benzoyl-N,N-suksinylhydroksylamin, O-acetyl-N,N-suksinylhydroksylamin,

- O-p-metoksybenzoyl-N,N-suksinylhydroksylamin,
O-p-nitrobenzoyl-N,N-suksinylhydroksylamin og
O,N,N-triacetylhydroksylamin;
- e) N,N'-diacylsulfurylamider, for eksempel
N,N'-dimetyl-N,N'-diacetylsulfurylamid og
N,N'-dietyl-N,N'-dipropionylsulfurylamid;
- f) triacylcyanurater, for eksempel triacetylcyanurat
og tribenzoylcyanurat;
- g) karboksylsyreanhydrider, for eksempel benzosyreanhydrid,
m-klorbenzosyreanhydrid, ftalsyreanhydrid og 4-klorftal-
syre-anhydrid;
- h) sukkerestere, for eksempel glukosepentaacetat;
- i) estere av natrium-p-fenolsulfonat, for eksempel
natriumacetoksybenzensulfonat,
natriumbenzoyloksybenzensulfonat og
høy-acylderivater, for eksempel lineære og forgrenede
oktanyl- og nonanoyl-fenolsulfonsyresalter;
- j) 1,3-diacetyl-4,5-diacetyloksy-imidazolin, for eksempel
1,3-diformyl-4,5-diacetoksy-imidazolidin,
1,3-diacetyl-4,5-diacetoksy-imidazolin,
1,3-diacetyl-4,5-dipropionyloksy-imidazolin;
- k) N,N'-polyacylert glykoluril, for eksempel
N,N,N',N'-tetraacetylglykoluril og
N,N,N',N'-tetrapropionylglykoluril;
- l) diacylert-2,5-diketopiperazin, for eksempel
1,4-diacetyl-2,5-diketopiperazin,
1,4-dipropionyl-2,5-diketopiperazin og
1,4-dipropionyl-3,6-dimetyl-2,5-diketopiperazin;
- m) acyleringsprodukter av propylendiurea eller
2,2-dimetyl-propylendiurea (2,4,6,8-tetraaza-
bicyklo-(3,3,1)-nonan-3,7-dion eller dets 9,9-dimetyl-
derivat), spesielt tetraacetyl- eller tetrapropionyl-
propylendiurea eller deres dimetyl-derivater;
- n) karbonsyreestere, for eksempel natriumsaltene av
p-(etoksykarbonyloksy)-benzosyre og
p-(propoksykarbonyloksy)-benzensulfonsyre.

De N-diacetylte og N,N'-polyacylte aminer som er

nevnt under (a) er av spesiell interesse, spesielt N,N,N'-tetraacetyletylendiamin (TAED).

Blandinger av en eller flere av de forannevnte aktivatorer kan anvendes i blekepreparatene.

Det foretrekkes å anvende aktivatoren i granulert form, spesielt når den er til stede i findelt form, som beskrevet i britisk patentskrift 2 053 998. Spesifikt foretrekkes det å anvende en aktivator som har en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på mindre enn 150 μm , hvilket gir signifikant forbedring i blekeeffektivitet. Sedimentasjonstapene, ved anvendelse av en aktivator med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på under 150 μm , blir vesentlig redusert. Enda bedre blekeytelse oppnåes hvis den gjennomsnittlige partikkelstørrelse for aktivatoren er mindre enn 100 μm . Imidlertid gir en for liten partikkelstørrelse øket spaltning, støvdannelse og håndteringsproblemer, og selv om partikkelstørrelser under 100 μm kan gi forbedret blekeeffektivitet, er det ønskelig at aktivatoren ikke har mer enn 20 vekt% av partikler med størrelse under 50 μm . På den annen side kan aktivatoren ha en viss mengde av partikler med størrelse over 150 μm , men den bør ikke inneholde mer enn 5 vekt% partikler >300 μm , og ikke mer enn 20 vekt% av partikler >150 μm . Hvis nålformede krystallinske aktivator-partikler anvendes, refererer disse størrelser til nålens diameter. Det skal forstås at disse partikkelstørrelser refererer til den aktivator som er til stede i granulene og ikke til granulene selv. Sistnevnte har generelt, i gjennomsnitt, en partikkelstørrelse på 100-2000 μm , fortrinnsvis 250-1000 μm . Opp til 5 vekt% granuler med partikkelstørrelse >1600 μm og opp til 10 vekt% granuler <250 μm kan tolereres. De granuler som inkorporerer aktivatoren, fortrinnsvis i denne findelte form, kan oppnåes ved granulering av aktivatoren med et passende bærer-materiale, for eksempel natriumtripolyfosfat og/eller kaliumtripolyfosfat. Andre granuleringsmetoder, for eksempel ved anvendelse av organiske og/eller uorganiske granuleringshjelpemidler, kan også anvendes med nytte. Granulene kan etterpå bli tørket, om nødvendig. Generelt er enhver granuleringsprosess anvendelig, når bare granulen inneholder aktivatoren, og når bare de

166243

26

andre materialer som er til stede i granulen ikke inhiberer aktivatoren.

Blekepreparatet som omfatter en peroksybleke-forbindelse og en aktivator for denne, som her definert, vil normalt inneholde fra 0,01 til 5 %, fortrinnsvis fra 0,1 til 0,5 % og helst fra 0,2 til 0,4 %, i vekt av den blekestabile deodorant-parfyme.

Det er innlysende at hvis mindre enn 0,01 vekt% av en blekestabil deodorant-parfyme anvendes, så er det usannsynlig at anvendelse av blekepreparatet for tilveiebringelse av et signifikant nivå av rest-duft eller deodorant på tilsmusset stoff eller på andre overflater som er bleket med produktet, vil inntreffe, og heller ikke er det sannsynlig at et slikt lavt nivå av den blekestabile deodorant-parfyme vil tilveiebringe en signifikant reduksjon i dårlig kroppslukt av stoffer som etterpå bæres, etter behandling med blekepreparatet. Hvis mer enn 5 vekt% av en blekestabil deodorant-parfyme anvendes, så er det usannsynlig at anvendelse av blekepreparatet for å gi høyere nivå av duft eller deodorant til behandlede stoffer eller andre overflater, eller for å redusere ytterligere dårlig kroppslukt av stoffer som senere bæres, utover det som observeres ved 5 vekt%-nivået, vil inntreffe.

Vaskeprodukter

Blekepreparatet kan eventuelt også omfatte såpeholdige og/eller ikke-såpeholdige vaskeaktive forbindelser slik at det dannes et vaskeprodukt. Slike produkter kan følgelig anvendes både for å rengjøre og for å bleke stoffer ved en relativt klar vasketemperatur på fra 20 til 60°C. De kan også anvendes for å rengjøre andre harde overflater enn stoffer, for eksempel slike som finnes i det hjemlige kjøkken og badet.

Vaskeaktive forbindelser

Vaskemidlet i henhold til oppfinnelsen omfatter fra 5 til 40 %, fortrinnsvis fra 8 til 30 %, i vekt av den vaskeaktive forbindelse, fra 1 til 30 %, fortrinnsvis fra 5 til 20 %, i vekt av peroksybleke-forbindelse sammen med en aktivator for denne

og fra 0,1 til 5 %, fortrinnsvis fra 0,2 til 0,5 %, i vekt av en blekestabil deodorant-parfyme som her definert.

Den vaskeaktive forbindelse velges blant en såpe, og ikke-såpeholdige anioniske, kationiske, ikke-ioniske, amfotære eller zwitterioniske vaskeaktive forbindelser, samt blandinger derav. Mange egnede vaskeaktive forbindelser er kommersielt tilgjengelige og er fullstendig beskrevet i litteraturen, for eksempel i "Surface Active Agents and Detergents", Vol. I og II, av Schwartz, Perry and Berch.

De foretrukne vaskeaktive forbindelser som kan anvendes er såper og syntetiske ikke-såpeholdige anioniske og ikke-ioniske forbindelser.

Såpe er et vannløselig eller vanddispergerbart alkali-metallsalt av en organisk syre, og de foretrukne såper er natrium- eller kaliumsalter, eller de tilsvarende ammonium- eller substituert-ammoniumsalter av en organisk syre. Eksempler på egnede organiske syrer er naturlige eller syntetiske alifatisk karboksylsyrer med 10-22 karbonatomer, spesielt fettsyrene av triglyceridoljer, for eksempel talg, kokosnøttolje og rapsfrøolje.

Som såpe foretrekkes mest en som stammer fra rapsfrøolje. Når såpe som stammer fra talgfettsyrer velges, så kan fettsyrer som stammer fra talg-klassen av fett, for eksempel oksetalg, fåretalg, smult, palmeolje og noen vegetabiliske smørtyper velges. Små mengder av opp til ca. 30 %, fortrinnsvis 10-20 %, i vekt av natriumsåper av nøtteolje-fettsyrer som stammer fra nøtteoljer, for eksempel kokosnøttolje og palmekjerneolje, kan blandes inn sammen med natriumtalgsåpene, for å forbedre deres skumme- og løselighetskarakteristikk om så ønskes. Mens talgfettsyrer overveiende er C_{14} - og C_{18} -fettsyrer, så er nøtteolje-fettsyrene av kortere kjedelengde og er overveiende C_{10} - C_{14} -fettsyrer.

Syntetiske anioniske ikke-såpeholdige vaskeaktive forbindelser, når slike anvendes, er vanligvis vannløselige alkalimetallsalter av organiske sulfater og sulfonater som har arylradikaler som inneholder fra 8 til 22 karbonatomer, idet betegnelsen alkyl anvendes for å inkludere alkyliden i høyere aryl-radikaler.

Foretrukne eksempler på egnede anioniske vaskeforbindelser er natrium- og kaliumalkylsulfater, spesielt slike som oppnås ved sulfatering av høyere (C_8 - C_{18})-alkoholer produsert for eksempel av talg eller kokosnøttolje; natrium-, kalium- og ammonium-alkylbenzensulfonater, spesielt lineære alkylbenzensulfonater som har 10-16, spesielt 11-13, karbonatomer i alkylkjeden; natriumalkylglyceryleter-sulfater, spesielt slike etere av de høyere alkoholer som stammer fra talg eller kokosnøttolje og syntetiske alkoholer som stammer fra petroleum; natriumkokosnøttolje-fettsyremonoglycerid-sulfater og -sulfonater; natrium- og kaliumsalter av svovelsyreestere av høyere (C_9 - C_{18})-fettalkohol-alkylenoksyd-, spesielt -etylenoksyd-, reaksjonsprodukter; reaksjonsproduktene av slike fettsyrer som kokosnøttfettsyrer forestret med isetionsyre og nøytralisert med natriumhydroksyd; natrium- og kaliumsalter av fettsyreamider av metyl-aurin; alkanmonosulfonater, for eksempel slike som stammer fra omsetning av α -olefiner (C_8 - C_{20}) med natriumbisulfitt og slike som stammer fra omsetning av paraffiner med SO_2 og Cl_2 og deretter hydrolysering med en base slik at det produseres et randomisert sulfonat; olefinsulfonater, idet denne betegnelse anvendes for å beskrive det materiale som lages ved omsetning av olefiner, spesielt C_{10} - C_{20} - α -olefiner, med SO_3 og deretter nøytralisering og hydrolysering av reaksjonsproduktet; eller blandinger derav. De foretrukne anioniske vaskeforbindelser er natrium- (C_{11} - C_{15})alkylbenzensulfonater og natrium- (C_{16} - C_{18})alkylsulfater.

Eksempler på egnede ikke-ioniske vaskeforbindelser som kan anvendes inkluderer reaksjonsproduktene av alkylenoksyder, vanligvis etylenoksyd, med alkyl- (C_6 - C_{22})fenoler, generelt 5-25 EO, dvs. 5-25 enheter etylenoksyd, pr. molekyl; kondensasjonsproduktene av alifatiske (C_8 - C_{18}) primære eller sekundære, lineære eller forgrenede alkoholer med etylenoksyd, generelt 4-30 EO, og produkter laget ved kondensering av etylenoksyd med reaksjonsproduktene av propylenoksyd og etylendiamin. Andre såkalte ikke-ioniske vaskeforbindelser inkluderer langkjedede tertiære aminoksyder, langkjedede tertiære fosfinksyder og dialkylsulfoksyder.

Blandinger av vaskeaktive forbindelser, for eksempel

blandede anioniske eller blendede anioniske og ikke-ioniske forbindelser, kan anvendes i vaskeproduktene, spesielt i sistnevnte tilfelle for å tilveiebringe regulerte lavt-skummende egenskaper. Dette er nyttig for produkter men for bruk i skum-intolerante automatiske vaskemaskiner.

Kationiske, amfotære eller zwitterioniske vaskeaktive forbindelser eventuelt kan også anvendes i vaskeproduktene, men dette ønskes normalt ikke på grunn av deres relativt høye pris. Hvis noen kationiske, amfotære eller zwitterioniske vaskeaktive forbindelser anvendes, er det generelt i små mengder i produkter basert på de meget mer vanlig brukte syntetiske anioniske og/eller ikke-ioniske vaskeaktive forbindelser.

Andre vaskemiddel-hjelpestoffer

Vaskeprodukter som inneholder blekestabile deodorant-parfyer i henhold til oppfinnelsen kan også inneholde andre ingredienser (hjelpestoffer), som, i tillegg til blekematerialer, kan inkludere en vaskeevnebygger slik at det tilveiebringes et bygget vaskeprodukt, såvel som andre hjelpestoffer.

Vaskeevnebyggere

Byggere inkluderer såper, uorganiske og organiske vannløselige byggersalter, såvel som diverse vann-uløselige og såkalte "kimsatte" byggere, som har til funksjon å mykne hardt vann ved solubilisering eller ved fjerning ved andre midler (for eksempel ved sekvestrering eller ved utfelling) av kalsium-, og i mindre grad magnesium-salter, som er ansvarlige for vannets hardhet, hvorved vaskeevnen forbedres.

Såper som kan funksjonere som vaskeevnebyggere er slike som er definert tidligere i denne beskrivelse som egnet til å funksjonere også som vaskeaktive forbindelser.

Uorganiske vaskeevnebyggere inkluderer for eksempel vannløselige salter av fosfater, pyrofosfater, ortofosfater, polyfosfater, fosfonater og polyfosfonater. Spesifikke eksempler på uorganiske fosfatbyggere inkluderer natrium- og kalium-tripolyfosfater, -fosfater og -heksametafosfater. Polyfosfonatene kan spesifikt inkludere for eksempel natrium-

og kaliumsaltene av etylendifosfonsyre, natrium- og kaliumsaltene av etan-1-hydroksy-1,1-difosfonsyre, og natrium- og kaliumsaltene av etan-1,1,2-trifosfonsyre. Natriumtripolyfosfat er en spesielt foretrukket, vannløselig uorganisk bygger.

Ikke-fosforholdige uorganiske vannløselige sekvestreringsmidler kan også velges for bruk som vaskeevnebyggere. Spesifikke eksempler på slike ikke-fosforholdige, uorganiske byggere inkluderer borat-, silikat- og aluminat-salter. Alkalimetall-, spesielt natrium- eller kalium-saltene, foretrekkes spesielt.

Organiske ikke-fosforholdige, vannløselige vaskeevnebyggere inkluderer for eksempel alkalimetall-, ammonium- og substituert-ammonium-polyacetatene, karboksylatene, polykarboksylatene, suksinatene, oksalatene og polyhydrokysulfonatene. Spesifikke eksempler på polyacetat- og polykarboksylat-byggersaltene inkluderer natrium-, kalium-, litium-, ammonium- og substituert-ammoniumsaltene av etylen-diamin-tetraeddiksyre, nitriltrieddiksyre, oksydiravsyre, mellittsyre, benzenpolykarboksylsyre, sitronsyre, karboksymetoksyravsyre, karboksymetoksymalonsyre og blandinger derav.

Sterkt foretrukne organiske vannløselige ikke-fosforholdige byggere inkluderer natriumsilikat, natriumcitrat, natriumoksydisuksinat, natriummellitat, natriumnitriltriacetat og natriumetylendiamin-tetraacetat.

En annen type av vaskeevnebygger-materiale som er nyttig i preparatene og produktene i henhold til oppfinnelsen omfatter et vannløselig materiale med evne til å danne et vann-uløselig reaksjonsprodukt med vannhardhetskationer, for eksempel alkalimetall- eller ammoniumsalter av karbonat, bikarbonat og seskvikarbonat eventuelt i kombinasjon med et krystallisasjonsskim som har evne til å tilveiebringe vekstpunkter for nevnte reaksjonsprodukt.

Andre typer bygger som kan anvendes inkluderer diverse i det vesentlige vann-uløselige materialer som har evne til å redusere hardhetsinnholdet i tøyvaskebad ved en ionebytteprosess.

Eksempler på slike ionebytte-materialer er de komplekse

aluminosilikater, dvs. materialer av zeolitt-type, som er nyttige bløte- eller vaskehjelpesoffer som mykner vann ved fjerning av kalsiumion. Både de naturlig forekommende og syntetiske "zeolitter", spesielt Zeolite A- og hydratisert Zeolite A-materialer, er nyttige som byggere.

Vaskeevnebygger-komponenten, når en slik er til stede, vil generelt utgjøre fra 1 til 90 %, fortrinnsvis fra 5 til 75 %, i vekt av produktet.

Andre vaskemiddelhjelpesoffer

Ytterligere vaskemiddelhjelpesoffer som eventuelt kan anvendes i preparatene og produktene i henhold til oppfinnelsen inkluderer overfettingsmidler, for eksempel frie langkjedede fettsyrer, skumforsterkende midler, for eksempel alkanol-amider, spesielt monoetanolamider som stammer fra palmekjerne-fettsyrer og kokosnøttfettsyrer; skumregulerende midler, for eksempel antiskum-granuler som inneholder hydrokarboner, oljer og vokser, og alkylfosfater og silikoner; anti-gjenavsetningsmidler, for eksempel natriumkarboksymetylcellulose, polyvinylpyrrolidon og celluloseetere, for eksempel metylcellulose og etylhydroksyetylcellulose; stabilisatorer, for eksempel etylendiamintetrametylenfosfonat og dietylentriaminpentametylenfosfonat; tøymykningsmidler; uorganiske salter, for eksempel natrium- og magnesiumsulfat; og - vanligvis til stede i svært små mengder - optiske lysgjørere, fluorescerende midler, enzymer, for eksempel proteaser og amylaser, antikakedannelsesmidler, fortykningsmidler, germicider og farvemidler.

Diverse vaskeevne-enzymmer som er velkjente på området for sin evne til å nedbryte og hjelpe til ved fjerning av forskjellig smuss og flekker kan også eventuelt anvendes i produkter i henhold til oppfinnelsen. Vaskeevne-enzymmer anvendes vanligvis ved konsentrasjoner på fra 0,1 til 1,0 vekt% regnet på slike blandinger. Typiske enzymer inkluderer de forskjellige proteaser, lipaser, amylaser, og blandinger derav, som er beregnet på å fjerne et utvalg av smuss og flekker fra tøy.

Det er også ønskelig å inkludere ett eller flere anti-gjenavsetningsmidler i de blekemiddel-holdige preparater i

henhold til oppfinnelsen, for å redusere tendens til å danne uorganiske avsetninger på vasket tøy. Mengden av et eventuelt slikt antigjenavsetningsmiddel, når det anvendes, er normalt fra 0,1 til 5 vekt%, fortrinnsvis fra 0,2 til 2,5 vekt%, regnet på preparatet. De foretrukne antigjenavsetningsmidler er anioniske polyelektrolytter, spesielt polymere alifatiske karboksylater, eller organiske fosfonater.

Det kan også være ønskelig å inkludere i de blekemiddelholdige preparater en mengde av et alkalimetallsilikat, spesielt natrium-orto-, -meta- eller fortrinnsvis nøytralt eller alkalisk silikat. Nærværet av slike alkalimetallsilikater på nivåer av minst 1 %, og fortrinnsvis 5-15 %, i vekt av produktet, er fordelaktig med hensyn til å nedsette korrosjon på metalleder i vaskemaskiner, ved siden at de gir en viss grad av byggevne og forarbeidelsesnytte og generelt forbedrede pulvereigenschaften. De sterkere alkaliske orto- og meta-silikater ville normalt bare bli brukt i lavere mengder innen dette område, i blanding med de nøytrale eller alkaliske silikater.

Vaskeproduktene som inneholder blekemiddel og de blekestabile deodorant-parfymmer i henhold til oppfinnelsen kreves vanligvis å være alkaliske, men ikke for sterkt alkaliske, da dette kunne resultere i skade på tøy og også være farlig for husholdningsbruk. I praksis bør produktene fortrinnsvis tilveiebringer en pH-verdi på fra 8,5 til 11 i bruk i det vandige vaskebad. Det foretrekkes spesielt for husholdningsprodukter at det blir en pH-verdi på fra 9,0 til 10,5, da lavere pH-verdier har tendens til å være mindre effektive for optimal vaskeevne, og sterkere alkaliske produkter kan være farlige hvis de misbrukes. pH-verdien måles ved den laveste normale brukskonsentrasjon på 0,1 vekt/volum% av produktet i vann av 12°H (Ca) (fransk permanent hardhet, bare kalsium) ved 50°C slik at en tilfredsstillende grad av alkalitet kan sikres i bruk ved alle normale produktkonsentrasjoner.

Den totale mengde av vaskemiddel-hjelpestoffer som kan inkorporeres i deodorant-vaskeproduktet i henhold til oppfinnelsen vil normalt utgjøre resten av produktet etter at man

har regnet med den blekestabile deodorant-parfyme og den vaskeaktive forbindelse. Vaskemiddel-hjelpstoffene vil følgelig utgjøre fra 0 til 94,99 vekt% av produktet.

Deodorant vaskeprodukt-typer

Deodorant-vaskemiddelproduktet kan settes sammen som et fast produkt, for eksempel i form av en tøyvaskesåpe eller et pulver som kan brukes for tøyvask. Alternativt kan produktet få form av en væske, gel eller pasta for tøyvask.

Det skal forstås at de forannevnte produkter er eksempler på former som deodorant-vaskeproduktet kan ha: andre produktformer innen denne del av fagområdet skal inkluderes innen rammen av det monopol som det kreves beskyttelse for.

Fremstilling av deodorant-vaskeprodukter

Fremgangsmåten for fremstilling av deodorant-vaskeprodukter hvorved det anvendes en blekestabil deodorant-parfyme som hjelpemiddel for reduksjon eller elimering av dårlig lukt fra et tøyplagg som er vasket med slike omfatter å blande med vaskeaktive forbindelser og vaskemiddel-hjelpstoffer, hvis slike er til stede, fra 0,01 til 5 vekt% av en blekestabil deodorant-parfyme for å tilveiebringe et deodorant-vaskeprodukt, idet den blekestabile deodorant-parfyme har en deodorant-verdi på minst 0,25 målt ved reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt. Utvelgelse av vaskeaktive forbindelser og vaskemiddel-hjelpstoffer, inklusive blekemiddel-ingrediensene, og deres respektive mengder som anvendes ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen vil avhenge av naturen av det ønskede vaskeprodukt (for eksempel fast eller flytende) og formålet som det kreves for (for eksempel for rengjøring av harde overflater eller for tøyvask).

Vanligvis er det bekvemt å sette den blekestabile deodorant-parfyme til vaskeproduktet på et stadium mot slutten av dets fremstilling slik at tap av eventuelle flyktige ingredienser som kan inntreffe under et oppvarmningstrinn, reduseres til et minimum.

Det er videre vanlig å inkorporere den blekestabile deodorant-parfyme på slik måte at den blandes grundig med de

166243

andre ingredienser og fordeles ensartet gjennom vaskeproduktet. Det er imidlertid også mulig, spesielt når det gjelder slike faste produkter som marmorerte såpestykker og spattede eller flekkede faste eller flytende produkter, hvor den blekestabile deodorant-parfyme kan være innkapslet slik at frigjøring av den forsinkes, slik at det tilveiebringes vaskeprodukter hvor den blekestabile deodorant-parfyme ikke er jevnt og homogent blandet med de andre ingredienser i vaskeproduktet, og er konsentrert i de marmorerte bånd eller de spattede eller flekkede deler av slike produkter.

Flytende produkter kan fremstilles ganske enkelt ved å blande ingrediensene i enhver ønsket rekkefølge, selv om det foretrekkes å tilsette eventuelle flyktige komponenter som kan inkludere den blekestabile deodorant-parfyme mot slutten av blandeprosessen for å begrense tap ved fordampning av disse flyktige komponenter. En viss agitering er vanligvis nødvendig for å sikre riktig dispergering av eventuelle uløselige ingredienser og riktig oppløsning av løselige ingredienser.

Faste produkter i form av et pulver kan fremstilles ved først å lage en oppslemning med vann av alle ingredienser i produktet unntagen slike som er varmelabile, flyktige eller på annen måte ustabile overfor oppvarming, for eksempel den blekestabile deodorant-parfyme.

For å angi et eksempel, så vil en typisk oppslemning omfatte de følgende substanser i oppløsning eller dispersjon i vann, i de angitte forhold:

	<u>Vektdeler</u>
Natriumdodecylbenzensulfonat-pasta	13,15
C ₁₃₋₁₅ -fettalkohol 7EO	2,9
Natriumtripolyfosfat	23,9
Alkalisk natriumsilikat (oppløsning)	9
Natriumkarboksymetylcellulose	7,2
Natriumetylendiamin-tetraeddiksyre	1,4
Magnesiumsulfat-heptahydrat	7,2
Natriumsulfat	10,3
Vann	39,3

Det skal bemerkes at natriumdodecylbensensulfonatet og det alkaliske silikat inneholder vann, og at magnesiumsulfatet vil reagere i oppslemningen slik at man får magnesiumsilikat i produktet etter forstøvningstørking. Faststoffinnholdet i oppslemningen er 46 %.

Den vandige oppslemning forstøvningstørkes deretter ved hjelp av en konvensjonell teknikk slik at det produseres vaskemiddelgranuler som inneholder ikke mer enn 18 %, fortrinnsvis 6-12 %, vekt fuktighet.

Ytterligere vaskemiddelblanding-komponenter som inkluderer den blekestabile deodorant-parfyme, blekemidlet og blekeaktivatoren, blandes deretter med de forstøvningstørkede vaskemiddelgranuler.

I et typisk eksempel har det ferdige produkt følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Forstøvningstørkede vaskemiddelgranuler	76
Deodorant-blekemiddel-stabil parfyme	0,2
Natriumperborat-tetrahydrat	13
TAED-granuler (65 % TAED)	10,8

Faste produkter i form av et såpestykke eller en tablett kan fremstilles ved først å blande sammen de varme-stabile, ikke-flyktige materialer og deretter tilsette varme-labile flyktige materialer, slik som den deodorant-blekemiddel-stabile parfyme i et senere stadium i prosessen, fortrinnsvis kort før ekstrudering og utstansing.

Anvendelse av deodorant-vaskeprodukter

Deodorant-vaskeprodukter kan anvendes i en normal husholdnings- eller annen tørrvaskeprosess, bekvemt ved hjelp av vaskemaskin. Det er ment at produktet skal være effektivt både med hensyn til å fjerne smuss fra tøy som vaskes, ved bleking av tøyet og ved utlevering av en deodorant-effektiv mengde av den blekestabile deodorant-parfyme til tøyet. En "deodorant-effektiv mengde" av deodorant-produktet er definert som tilstrekkelig av produktet til å redusere dårlig kroppslukt (målt ved reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt) når tøyet, i form av en skjorte som skal bæres i kontakt med huden,

er blitt utsatt for en tøyvaskeprosess ved anvendelse av deodorant-vaskeproduktet.

For de fleste formål kan vaskeproduktet deretter bli anvendt i en konsentrasjon av 0,05-5 vekt% regnet på vaskebadet. Fortrinnsvis er konsentrasjonen under vasken fra 0,2 til 2 vekt%, helst 0,3-1 vekt%, regnet på vaskebadet.

I henhold til en foretrukken fremgangsmåte for anvendelse av deodorant-vaskeproduktet som tøyvaskeprodukt, kan det for eksempel påføres på et plagg i henhold til konsvensjonelle tøyvaskeprosedyrer som involverer vasking i vann, skylling og tørking. Det er innlysende at tilstrekkelig av den blekestabile deodorant-parfyme utleveres til og forblir på materialet i vaskede plagg etterpå slik at det blir mulig for bæreren og dra nytte av dens deodoriserende effekt ved reduksjon av dårlig kroppslukt.

Den følgende tøyvaskemetode gis for å illustrere anvendelse av et deodorant-vaskemiddel-tøyvaskeprodukt på skjorter.

Helknappede skjorter av polyester/bomull i jakkestil ble vasket i en automatisk vaskemaskin ved anvendelse av et tøyvaskepulver som inneholder natriumperborat-tetrahydrat og TAED og en blekestabil deodorant-parfyme i en konsentrasjon av 0,2 vekt% av det produkt som her er definert. Konsentrasjonen av produktet i vaskebadet var 0,4 vekt% regnet på badet. Forholdet mellom skjortestoff (tørrvektbasis) og vaskebadet var 40 g stoff pr. liter vaskebad.

Skjortene ble agitert i vaskebadet i 10 minutter ved en temperatur på 50°C, deretter skyllet og sentrifugert til et fuktighetsinnhold på ca. 50 % vann, og til slutt tørket på snor til et fuktighetsinnhold av ikke mer enn 10 %.

Skjortene ble lagt sammen og lagret til de trengtes.

Deodorant-vaskeproduktet kan også anvendes ved rengjøring av harde overflater, for eksempel slike som finnes i kjøkken og badrom i boliger.

Oppfinnelsen skal nå illustreres ved hjelp av de følgende eksempler.

166243

37

Eksempel 1

En blekestabil deodorant-parfyme ble fremstilt av de følgende blekestabile komponenter og ingredienser:

Blekestabil deodorant-parfyme A7

<u>Komponenter</u>	<u>Deler</u>	<u>Klasse</u>	<u>Totalt i klasse</u>
iso-amylsalicylat	6,0	1)	
Heksylsalicylat	15,0	1)	21,0
Rose AB 409	20,0	2	20,0
6-acetyl-1,3,3,4,4,6-heksa- metyltetrahydronaftalen	2,5	3)	
p-t-amylcykloheksanon	2,0	3)	4,5
Dietylfthalat	10,0	5	10,0
Kanelalkohol	10,0	6)	
Dimyrcetol	10,0	6)	
3a-metyl-dodekahydro-6,6,9a- trimetyl-nafto-2(2,1-b)-furan	0,75	6)	20,75
<u>Ingredienser</u>			
Dimetylbenzylkarbinyllacetat	2,5		
Dipropylenglykol	11,25		
iso-butulphenylacetat	5,0		
Fenyletylalkohol	5,0		
	<u>100,0</u>		

Total mengde av komponenter	76,25 vekt/vekt%
Antall komponenter til stede	9
Antall klasser representert	5

Parfymen ble utsatt for reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt, som her beskrevet, med følgende resultater:

Resultater av reduksjonsverdi-test for dårlig lukt
for blekestabil deodorant-parfyme A7

	<u>Skjortestoffinnnsats</u>	
	<u>Kontroll</u>	<u>Test</u>
Gjennomsnittskarakterer	2,72	2,13
Reduksjonsverdi for dårlig lukt		0,59

166243

38

Reduksjonsverdien for dårlig lukt falt innen området 0,25-3,0 som her definert, hvilket bekrefter at parfyme A7 virkelig var en blekestabil deodorant-parfyme som her beskrevet.

Eksempel 2

En blekestabil deodorant-parfyme ble fremstilt av de følgende blekestabile komponenter og ingredienser:

Blekestabil deodorant-parfyme A8

<u>Komponenter</u>	<u>Deler</u>	<u>Klasse</u>	<u>Totalt i klasse</u>
Etylsalicylat	9,0	1)	
iso-eugenol	1,2	1)	10,2
Bergamot AB 430	15,0	2)	
Rose AB 380	10,0	2)	25,0
o-t-butylcykloheksylacetat	1,0	5)	
Dietylfthalat	4,0	5)	5,0
1,3,4,6,7,8-heksahydro- 4,6,6,7,8,8-heksametyl- cyklopenta-γ-2-benzopyran	10,0	6)	10,0
<u>Ingredienser</u>			
Anetol	0,6		
Citronellol	4,0		
Citronellylacetat	11,5		
Geraniol	2,0		
Geranium oil Bourbon	7,0		
Lavandin olje	18,0		
Patchouli olje	6,7		
	<u>100,0</u>		

Total mengde av komponenter	50,2 vekt/vekt%
Antall komponenter til stede	7
Antall klasser representert	4

Parfymen ble utsatt for reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt, som her beskrevet, med følgende resultater.

166243

39

Resultater av reduksjonsverdi-test for dårlig lukt
for blekestabil deodorant-parfyme A7

	Skjortestoffinnnsats	
	<u>Kontroll</u>	<u>Test</u>
Gjennomsnittsskarakter	2,46	1,67
Reduksjonsverdi for dårlig lukt		0,79

Reduksjonsverdien for dårlig lukt falt innen området 0,25-3,0 som her definert, hvilket bekrefter at parfyme A8 virkelig var en blekestabil deodorant-parfyme som her beskrevet.

Eksempel 3

En blekestabil deodorant-parfyme ble fremstilt av de følgende blekestabile komponenter og ingredienser:

Blekestabil deodorant-parfyme A9

<u>Komponenter</u>	<u>Deler</u>	<u>Klasse</u>	<u>Totalt i klasse</u>
iso-amylsalicylat	3,5	1)	
Heksylsalicylat	1,0	1)	4,5
Bergamot AB 430	20,0	2)	
Rose AB 409	6,0	2)	26,0
6-acetyl-1,3,3,4,4,6-heksa- metyl-tetrahydronaftalen	3,0	3)	
p-t-amylcykloheksanon	5,0	3)	8,0
iso-butyl-kinolin	1,5	4)	1,5
Kanelalkohol	12,2	6)	
1,3,4,6,7,8-heksahydro-4,6,6, 7,8,8-heksametylcyklopenta- γ-2-benzopyran	10,00	6)	
3a-metyl-dodekahydro-6,6,9a- trimetyl-nafto-2(2,1-b)furan	2,0	6)	24,2
<u>Ingredienser</u>			
Benzylacetat	8,0		
Citronellol	4,8		
Citronellyl-acetat	5,0		
Laurin-alkohol	4,0		
Lavendin-olje	14,0		
	<u>100,0</u>		

166243

40

Total mengde av komponenter	64,2 vekt/vekt%
Antall komponenter til stede	10
Antall klasser representert	5

Parfymen ble utsatt for reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt, som her beskrevet, med følgende resultater:

Resultater av reduksjonsverdi-test for dårlig lukt
for blekestabil deodorant-parfyme A9

	Skjortestoffinnsats	
	Kontroll	Test
Gjennomsnittskarakter	2,83	2,47
Reduksjonsverdi for dårlig lukt		0,36

Reduksjonsverdien for dårlig lukt falt innen området 0,25-3,0 som her definert, hvilket bekrefter at parfyme A9 virkelig var en blekestabil deodorant-parfyme som her beskrevet.

Eksempel 4

En blekestabil deodorant-parfyme ble fremstilt av de følgende blekestabile komponenter og ingredienser:

Blekestabil deodorant-parfyme A10

<u>Komponenter</u>	<u>Deler</u>	<u>Klasse</u>	<u>Totalt i klasse</u>
iso-eugenol	1,5	1)	
Heksylsalicylat	15,0	1)	16,5
Bergamot AB 430	15,0	2	15,0
p-t-amyl-cykloheksanon	3,0	3)	
α-iso-metylionon	12,0	3)	15,0
Dietylftalat	4,5	5	4,5
1,3,4,6,7,8-heksahydro- 4,6,6,7,8,8-heksametyl- cyklopenta-γ-2-benzopyran	4,0	6	4,0
<u>Ingredienser</u>			
Benzylacetat	7,0		
Citronellol	3,0		
Geranium oil Bourbon	9,0		

Ingredienser

Geranyl-acetat	6,0
Lavandin-olje	10,0
Patchouli-olje	10,0
	<u>100,0</u>

Total mengde av komponenter	55 vekt/vekt%
Antall komponenter til stede	7
Antall klasser representert	5

Parfymen ble utsatt for reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt, som her beskrevet, med følgende resultater:

Resultater av reduksjonsverdi-test for dårlig lukt
for blekestabil deodorant-parfyme A10

	Skjortestoffinnsetts	
	<u>Kontroll</u>	<u>Test</u>
Gjennomsnittskarakter	2,66	1,79
Reduksjonsverdi for dårlig lukt		0,87

Reduksjonsverdien for dårlig lukt falt innen området 0,25-3,0 som her definert, hvilket bekrefter at parfyme A10 virkelig var en blekestabil deodorant-parfyme som her beskrevet.

Eksempel 5

En blekestabil deodorant-parfyme ble fremstilt av de følgende blekestabile komponenter og ingredienser:

Blekestabil deodorant-parfyme A11

<u>Komponenter</u>	<u>Deler</u>	<u>Klasse</u>	<u>Totalt i klasse</u>
iso-eugenol	5,0	1)	
Heksyl-salicylat	1,5	1)	6,5
Rose AB 409	8,0	2	8,0
2-n-heptyl-cyklopentanon	0,5	3)	
α -iso-metylionon	10,0	3)	10,5
Dietylftalat	3,0	5)	
Nonandiol-1,3-diacetat	4,0	5)	
i-nonyl-formiat	5,0	5)	
Fenyletyl-fenylacetat	5,0	5)	17,0

166243

42

1,3,4,6,7,8-heksahydro-4,6,6,				
7,8,8-heksametylcyklopenta-γ-				
2-benzopyran	7,5	6	)	
3a-metyl-dodekahydro-6,6,9a-			)	
trimetyl-nafto-2(2,1-b)furan	0,7	6	)	
Tetrahydromuguol	6,0	6	)	14,2

Ingredienser

Benzylacetat	4,8
Citronellol	10,0
Dihydroterpineol	6,0
Geranium oil Bourbon	7,0
Lavandin-olje	8,0
Patchouli-olje	8,0
	<u>100,0</u>

Total mengde av komponenter	56,2 vekt/vekt%
Antall komponenter til stede	12
Antall klasser representert	5

Parfymen ble utsatt for reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt, som her beskrevet, med følgende resultater:

Resultater av reduksjonsverdi-test for dårlig lukt
for blekestabil deodorant-parfyme All

	Skjortestoffinnsats	
	<u>Kontroll</u>	<u>Test</u>
Gjennomsnittskarakter	2,74	2,45
Reduksjonsverdi for dårlig lukt		0,29

Reduksjonsverdien for dårlig lukt falt innen området 0,25-3,0 som her definert, hvilket bekrefter at parfyme All virkelig var en blekestabil deodorant-parfyme i henhold til oppfinnelsen.

Eksempel 6

En blekestabil deodorant-parfyme ble fremstilt av de følgende blekestabile komponenter og ingredienser:

Blekestabil deodorant-parfyme A12

<u>Komponenter</u>	<u>Deler</u>	<u>Klasse</u>	<u>Totalt i klasse</u>
iso-amylsalicylat	5,0	1)	
Etylsalicylat	5,0	1)	
Heksylsalicylat	10,0	1)	20,0
Bergamot AB 430	15,0	2	15,0
6-acetyl-1,3,3,4,4,6- heksametyl-tetrahydronaftalen	2,5	3)	
p-t-amyl-cykloheksanon	2,0	3)	4,5
iso-butyl-kinolin	4,0	4)	4,0
Dietylfthalat	8,0	5)	8,0
Dimyrcetol	10,0	6)	
3a-metyl-dodekahydro- 6,6,9a-trimetyl-nafto- 2(2,1-b)furan	0,8	6)	10,8
<u>Ingredienser</u>			
Benzylbenzoat	14,7		
iso-butylfenylacetat	5,0		
Dimetylbenzylkarbinolacetat	2,5		
Geraniol	5,0		
Linalyl-acetat	4,5		
Patchouli-olje	6,0		
	<u>100,0</u>		

Total mengde av komponenter	62,3 vekt/vekt%
Antall komponenter til stede	10
Antall klasser representert	6

Parfymen ble utsatt for reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt, som her beskrevet, med følgende resultater:

Resultater av reduksjonsverdi-test for dårlig lukt
for blekestabil deodorant-parfyme A12

	<u>Skjortestoffinnsats</u>	
	<u>Kontroll</u>	<u>Test</u>
Gjennomsnittskarakter	2,78	2,47
Reduksjonsverdi for dårlig lukt		0,31

166243

44

Reduksjonsverdien for dårlig lukt falt innen området 0,25-3,0 som her definert, hvilket bekrefter at parfyme A12 virkelig var en blekestabil deodorant-parfyme som her beskrevet.

Eksempel 7

En blekestabil deodorant-parfyme ble fremstilt av de følgende blekestabile komponenter og ingredienser:

Blekestabil deodorant-parfyme A13

<u>Komponenter</u>	<u>Deler</u>	<u>Klasse</u>	<u>Totalt i klasse</u>
Carvacrol	5,0	1)	
iso-eugenol	1,5	1)	6,5
β-metylnaftylylketon	15,0	3	15,0
o-t-butylcykloheksylacetat	2,0	5)	
Dietylfthalat	9,5	5)	
i-nonylacetat	10,0	5)	21,5
Hydroksymetyl-iso-propyl- cyklopentan	10,0	6)	
3a-metyl-dodekahydro-6,6,9a- trimetyl-nafto-2(2,1-b)furan	0,5	6)	10,5
<u>Ingredienser</u>			
Benzylpropionat	4,0		
iso-butyl-benzoat	5,0		
Citronellol	7,5		
Dimetylbenzylkarbinolacetat	5,0		
Lavandin-olje	15,0		
Patchouli-olje	10,0		
	100,0		

Total mengde av komponenter	53,5 vekt/vekt%
Antall komponenter til stede	8
Antall klasser representert	4

Parfymen ble utsatt for reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt, som her beskrevet, med følgende resultater:

Resultater av reduksjonsverdi-test for dårlig lukt
for blekestabil deodorant-parfyme A13

	Skjortestoffinnsats	
	<u>Kontroll</u>	<u>Test</u>
Gjennomsnittskarakter	2,60	2,27
Reduksjonsverdi for dårlig lukt		0,33

Reduksjonsverdien for dårlig lukt falt innen området 0,25-3,0 som her definert, hvilket bekrefter at parfyme A13 virkelig var en blekestabil deodorant-parfyme som her beskrevet.

Eksempel 8

Et eksempel på et blekepreparat i henhold til oppfinnelsen som ikke inneholder en vaskeaktiv forbindelse er som følger:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Natriumperborat-tetrahydrat	25
TAED-granuler	25
Natriumkarbonat	47
Blekestabil deodorant-parfyme A7	0,5
Mindre ingredienser	opptil 100

Dette blekepreparat er regnet for tilsetning til vaskebad i en tøyvaskeprosess for bleking av tøy. Preparatet kan anvendes enten med eller uten et konvensjonelt tøyvaskepulver.

Eksempel 9

Dette eksempel illustrerer anvendelse av blekestabil deodorant-parfyme A7 i henhold til eksempel 1 i et vaskepulver som inneholder blekesubstanser.

Et forstøvningstørket granulert ikke-såpeholdig vaske-middel som inneholder blekesubstanser ble fremstilt i henhold til konvensjonelle forstøvningstørke-teknikker, idet bleke-substansene som omfattet peroksy-blekeforbindelsen og bleke-aktivatoren og også deodorant-parfymen ble blandet med vaske-midlet etter forstøvningstørking. Det vaskemiddelholdige blekepreparat hadde følgende sammensetning:

166243

46

	<u>Vekt/vekt%</u>
Natriumdodecylbenzensulfonat	14
Natriumtrifosfat	40
Natriumsulfat	2
Natriumkarboksymetylcellulose	1
Etylendiamin-tetraeddiksyre (EDTA)	1
Magnesiumsilikat	2
Fluorescerende	0,3
Vannglasspulver ($\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2=1:3,4$)	5,9
Natriumkarbonat	1
Natriumperborat-tetrahydrat	16
Tetraacetyl-etylendiamin (TAED)	8
Deodorant-parfyme A7	0,2
Vann	opptil 100

Dette vaskepulver kan anvendes ved vasking av tilsmussede tøyplagg, for eksempel skjorter og undertøy, såvel som sengetøy, og vil gi rent tøy som har en frisk duft og fravær av dårlig lukt som assosieres med tilsmussede tøy. Tøyplagg og lintøy som er vasket slik vil bevare sin friskhet med fravær av dårlig lukt selv etter påfølgende bruk i kontakt med menneskehud.

Det kan konkluderes med at til tross for nærværet i vaskepulveret av både TAED og natriumperborat-tetrahydrat, som er blekeingredienser som har tendens til å gjøre ordinære parfymer ustabile, blir evnen hos den blekestabile deodorantparfyme til å redusere dårlig kroppslukt hos mennesker allikevel uten forringelse.

Eksempel 10

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	4
Primært alkoholsulfat	2
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	2
C ₂₀₋₂₂ -såpe	3
Zeolitt	30
Natriumnitritriacetat	10

166243

47

Alkalisk natriumsilikat	6
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,2
Natriumkarboksymetylcellulose	0,5
Parfyme A8	0,3
Natriumperborat-tetrahydrat	15
TAED-granuler (65 % aktivt)	2
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

Eksempel 11

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	6,5
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	3
C ₂₀₋₂₂ -såpe	5
Natriumtripolyfosfat	15
Natriumortofosfat	5
Alkalisk natriumsilikat	10
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,15
Etylendiamin-	
N,N,N',N'-[tetra(metylenfosfonsyre)]	0,2
Natriumkarboksymetylcellulose	0,6
Parfyme A9	0,4
Natriumperborat-tetrahydrat	15
TAED-granuler (65 % aktivt)	2,5
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

Eksempel 12

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	9
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	4
Natriumtripolyfosfat	16
Zeolitt	8
Alkalisk natriumsilikat	4

166243

48

Magnesiumsilikat	0,4
Etylendiamin-	
N,N,N'N'-[tetra(metylenfosfonsyre)]	0,3
Natriumkarboksymetylcellulose	0,6
Anti-skum	1,5
Parfyme A10	0,5
Natriumperborat-tetrahydrat	11
TAED-granuler (65 % aktivt)	2,5
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

Eksempel 13

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	4
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	9
Natriumtripolyfosfat	23
Nøytral natriumsilikat	6
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,2
Magnesiumetylendiamin-	
N,N,N'N'-[tetra(metylenfosfonat)]	0,5
Natriumkarboksymetylcellulose	0,7
Polymer	2
Anti-skum	0,5
Parfyme A11	1,0
Natriumperborat-tetrahydrat	10
TAED-granuler (65 % aktivt)	4,5
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

Eksempel 14

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

166243

49

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	6
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	4
Natriumtripolyfosfat	18
Zeolitt	13
Alkalisk natriumsilikat	2
Natriumkarbonat	5
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,15
Kalsiumetylendiamin-	
N,N,N'N'-[tetra(metylenfosfonat)]	0,3
Natriumkarboksymetylcellulose	0,5
Polymer	0,75
Anti-skum	1
Parfyme Al2	0,5
Natriumperborat-monohydrat	6
TAED-granuler (65 % aktivt)	5,5
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

Eksempel 15

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	8
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	3,5
C ₂₀₋₂₂ -såpe	5,5
Natriumtripolyfosfat	27
Alkalisk natriumsilikat	8
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,2
Kalsium-etylendiamin-	
N,N,N'N'-[tetra(metylenfosfonat)]	0,2
Natriumkarboksymetylcellulose	0,4
Parfyme Al3	0,2
Natriumperborat-tetrahydrat	9
TAED-granuler (65 % aktivt)	3,5
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

166243

50

Eksempel 16

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Primært alkoholsulfat	6
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	2
C ₂₀₋₂₂ -såpe	3
Natriumtripolyfosfat	20
Natriumnitriltriacetat	5
Alkalisk natriumsilikat	7
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,2
Magnesiumetylendiamin-	
N,N,N',N'-[tetra(metylenfosfonat)]	0,4
Natriumkarboksymetylcellulose	0,6
Parfyme A8	4
Natriumperborat-tetrahydrat	15
TAED-granuler (65 % aktivt)	3
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

Eksempel 17

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	9
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	4
Zeolitt	40
Alkalisk natriumsilikat	8
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,2
Kalsium-etylendiamin-	
N,N,N',N'-[tetra(metylenfosfonat)]	0,3
Natriumkarboksymetylcellulose	0,6
Anti-skum	1,5
Parfyme A10	0,1
Natriumperborat-tetrahydrat	15
TAED-granuler (65 % aktivt)	2,5
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

Eksempel 18

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	9
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	4
Zeolitt	40
Alkalisk natriumsilikat	8
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,2
Kalsiumetylendiamin-	
N,N,N',N'-[tetra(metylenfosfonat)]	0,3
Natriumkarboksymetylcellulose	0,6
Anti-skum	1,5
Parfyme A10	0,1
Natriumperkarbonat	15
N,N,N',N'-tetraacetyl-glykoluril	2,5
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

Eksempel 19

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Primært alkoholsulfat	6
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	2
C ₂₀₋₂₂ -såpe	3
Natriumtripolyfosfat	20
Natriumnitritriacetat	5
Alkalisk natriumsilikat	7
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,2
Magnesiumetylendiamin-	
N,N,N',N'-[tetra(metylenfosfonat)]	0,4
Natriumkarboksymetylcellulose	0,6
Parfyme A8	0,4
Natriumpersilikat	15
Glukose-pentaacetat	3
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

166243

52

Eksempel 20

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	8
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	3,5
C ₂₀₋₂₂ -såpe	5,5
Natriumtripolyfosfat	27
Alkalisk natriumsilikat	8
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,2
Kalsiumetylendiamin-	
N,N,N'N'-[tetra(metylenfosfonat)]	0,2
Natriumkarboksymetylcellulose	0,4
Parfyme A13	2
Natriumperfosfat	9
Natriumacetoksybenzen-sulfonat	7
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

Eksempel 21

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	6
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	4
Natriumtripolyfosfat	18
Zeolitt	13
Alkalisk natriumsilikat	2
Natriumkarbonat	5
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,15
Kalsiumetylendiamin-	
N,N,N'N'-[tetra(metylenfosfonat)]	0,3
Natriumkarboksymetylcellulose	0,5
Polymer	0,75
Anti-skum	1
Parfyme A12	0,5
Natriumperborat-monohydrat	15
Natrium-nonanoylfenolsulfonat	6
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

Eksempel 22

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	4
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	9
Natriumtripolyfosfat	23
Nøytral natriumsilikat	6
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,2
Magnesiumetylendiamin-	
N,N,N'N'-[tetra(metylenfosfonat)]	0,5
Natriumkarboksymetylcellulose	0,7
Polymer	2
Anti-skum	0,5
Parfyme All	1,0
Natriumperborat-tetrahydrat	13
Natriumoktanoylfenolsulfonat	4
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

Eksempel 23

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfoant	9
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	4
Natriumtripolyfosfat	16
Zeolitt	8
Alkalisk natriumsilikat	4
Magnesiumsilikat	0,4
Etylendiamin-	
N,N,N'N'-[tetra(metylenfosfonsyre)]	0,3
Natriumkarboksymetylcellulose	0,6
Anti-skum	1,5
Parfyme A10	0,5
Natriumperborat-tetrahydrat	11
N,N,N'N'-tetraacetyl-glykoluril	2,5
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

166243

54

Eksempel 24

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	6,5
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	3
C ₂₀₋₂₂ -såpe	5
Natriumtripolyfosfat	15
Natriumortofosfat	5
Alkalisk natriumsilikat	10
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,15
Etylendiamin-	
N,N,N'N'-[tetra(metylenfosfonsyre)]	0,2
Natriumkarboksymetylcellulose	0,6
Parfyme A9	0,4
Natriumperborat-tetrahydrat	15
Glukosepentaacetat	2,5
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

Eksempel 25

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	4
Primært alkoholsulfat	2
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	2
C ₂₀₋₂₂ -såpe	3
Zeolitt	30
Natrium-nitrioltriacetat	10
Alkalisk natriumsilikat	6
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,2
Natriumkarboksymetylcellulose	0,5
Parfyme A8	0,3
Natriumperborat-tetrahydrat	15
Natriumacetoksybenzensulfonat	3
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

Eksempel 26

Et tøy-deodorant-vaskepulverprodukt i henhold til oppfinnelsen hadde følgende sammensetning:

	<u>Vekt/vekt%</u>
Lineært alkylbenzensulfonat	6
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	4
Alkalisk silikat	10
Natriumkarbonat	30
Natriumkarboksymetylcellulose	0,6
Natriumetylendiamin-tetraacetat	0,2
Anti-skum	1,0
Parfyme A7	0,2
Natriumperborat-tetrahydrat	13
TAED-granuler (65 % aktivt)	7
Vann, natriumsulfat & andre mindre ingredienser	opptil 100

P a t e n t k r a v

1. Blekepreparat som omfatter en peroksy-blekeforbindelse og en deodorant-parfyme, k a r a k t e r i s e r t v e d at preparatet i tillegg omfatter en aktivator for peroksy-blekeforbindelsen, idet deodorant-parfymen er en blekestabil deodorant-parfyme som omfatter 50-100 vekt% av blekestabile komponenter som bedømmes å være stabile i nærvær av natriumperborat-tetrahydrat og N,N,N'N'-tetraacetyletylendiamin (TAED) i henhold til "blekestabilitetstesten", idet blekestabilitetstesten omfatter følgende trinn:

- i) dosering av et parfymemateriale som skal testes, inni et uparfymert standard-vaskepulver som inneholder følgende ingredienser:

	<u>Vektdeler</u>
Natriumdodecylbenzensulfonat	9
C ₁₃₋₁₅ -alkohol 7EO	4
Natriumtripolyfosfat	33
Alkalisk natriumsilikat	6
Natriumkarboksymetylcellulose	1
Magnesiumsilikat	1
Etylendiamin-tetraeddiksyre	0,2
Natriumsulfat	15
Vann	10,8

og inkubering av det doserte pulver ved 20°C i forseglet beholder i 7 dager;

- ii) oppdeling av det doserte pulver i to porsjoner og å tilsette til hver porsjon natriumperborat-tetra-hydrat, sammen med enten TAED-granuler eller natrium-sulfat (som skal tjene som inert fyllstoff istedenfor TAED) for å tilveiebringe test- og kontrollblandinger med følgende sammensetning:

166243

57

	<u>Vekt/vekt%</u>	
	<u>Test-</u>	<u>Kontroll-</u>
	<u>pulver</u>	<u>pulver</u>
Uparfymert standardpulver	76	76
Parfymemateriale som skal testes	0,2	0,2
Natriumperborat-tetrahydrat	13	13
TAED-granuler (65% TAED)	10,8	-
Natriumsulfat	-	10,8

- iii) inkubering av både test- og kontrollpulver i forseglede beholdere ved 45°C i 7 dager til; og
- iv) vurdering av prøver av test- og kontrollpulvere i henhold til en standard-triangelttest som beskrevet i "Manual on Sensory Testing Methods" publisert av American Society for Testing and Materials (1969), ved hjelp av et panel bestående av 20 vurderere, som er instruert til å bedømme, ved hjelp av lukt, hvilken av de tre pulverprøver som er den som skiller seg ut, idet parfymematerialet betegnes som en blekestabil deodorant-parfymekomponent når den som skiller seg ut av tre blir korrekt identifisert av ikke mer enn 9 av de 20 vurderere;
- at de blekestabile deodorant-parfymekomponenter hver har en "lipoksidase-inhiberende kapasitet" på minst 50% eller et "Raoult-variansforhold" på minst 1,1, idet de nevnte komponenter henregnes til én av seks klasser bestående av:
- Klasse 1: fenoliske substanser;
 - Klasse 2: essensielle oljer, ekstrakter, harpikser og syntetiske oljer (betegnet "AB");
 - Klasse 3: aldehyder og ketoner;
 - Klasse 4: nitrogenholdige forbindelser;
 - Klasse 5: estere;
 - Klasse 6: alkoholer og etere;
- forutsatt av hvis en blekestabil deodorant-parfymekomponent kunne regnes til mer enn én klasse, tilskrives nevnte komponent den klasse som har det lavere eller laveste nummer; idet komponentene er valgt slik at:
- (a) den blekestabile deodorant-parfyme inneholder minst fem forskjellige komponenter;

- (b) den blekestabile deodorant-parfyme inneholder komponenter fra minst fire av de seks klasser; og
 - (c) enhver komponent som er til stede i den blekestabile deodorant-parfyme i en konsentrasjon mindre enn 0,5 vekt% regnet på parfymen elimineres fra kravene i (a) og (b);
- den blekestabile deodorant-parfyme har en "reduksjonsverdi for dårlig lukt" på fra 0,25 til 3,0, fortrinnsvis fra 0,5 til 3,0, mest foretrukket fra 1,0 til 3,0, målt ved "reduksjonsverdi-testen for dårlig lukt";

"reduksjonsverditesten for dårlig lukt" omfatter følgende trinn:

- i) utvelgelse av stykker av 100% voluminøst polyester-skjortestoff på 20 cm x 20 cm;
- ii) vasking av de utvalgte tøyestykker i en vaskemaskin med front-ilegg av trommeltype med et uparfymert standard-vaskepulver;
- iii) skylling av de vaskede tøyestykker og tørking for tilveiebringelse av "ubehandlet" tøy;
- iv) vasking på ny av halvparten av de "ubehandlede" tøyestykker i vaskemaskinen med standard-vaskepulveret som er blitt tilsatt 0,2 vekt% av en blekestabil parfyme som skal testes, skylling og tørking på ny for tilveiebringelse av "behandlede" tøyestykker;
- v) innsetting av de "behandlede" og "ubehandlede" tøyestykker i rene polyester/bomullskjorter i underarm-regionen, slik at i hver skjorte én underarmregion får en "behandlet" tøyinnsats og den annen underarmregion en "ubehandlet" tøyinnsats i overensstemmelse med et statistisk mønster;
- vi) anbringelse av de skjorter som har innsatsene, på et panel av 40 hvite, mannlige personer med alder i området fra 20 til 55 år (personene er valgt blant slike som utvikler dårlig kroppslukt i armhulene som ikke er uvanlig sterk og som ikke utvikler en sterkere dårlig kroppslukt i én armhule i forhold til den annen);
- vii) vurdering av den dårlige kroppslukt på tøyinnsatsene etter et tidsrom av 5 timer, hvorved tre erfarne vurderere registrerer den olfaktoriske intensitet av dårlig lukt på

en skala som går fra 0 til 5, idet 0 representerer ingen lukt og 5 representerer svært dårlig lukt, idet styrken av lukten i hvert tilfelle relateres for sammenligningsformål med standard-lukter produsert av vandige løsninger av isovaleriansyre i forskjellige konsentrasjoner i henhold til følgende tabell:

<u>Karakter</u>	<u>Luktnivå</u>	Konsentrasjon av vandig isovaleriansyre
		<u>(ml/l)</u>
0	ingen lukt	0
1	svak	0,013
2	definert	0,053
3	moderat	0,22
4	sterk	0,87
5	svært sterk	3,57

- viii) beregning av gjennomsnittskarakterene for både behandlet og ubehandlet tøy, og subtrahering av gjennomsnittskarakterene for det behandlede tøy fra gjennomsnittskarakterene for ubehandlet tøy, slik at man kommer frem til reduksjonsverdien for dårlig lukt for den blekestabile parfyme.

2. Blekepreparat som angitt i krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at de blekestabile deodorant-
komponenter er valgt blant:

Klasse 1 - fenoliske substanser

iso-amylsalicylat
Carvacrol
nellikbladolje
etylalicylat
iso-eugenol
heksylsalicylat
Thyme oil red

166243

60

Klasse 2 - essensielle oljer, ekstrakter, harpikser og
syntetiske oljer (betegnet "AB")

Bergamot AB 430

Geranium AB 76

Rose AB 380

Rose AB 409

Klasse 3 - aldehyder og ketoner

6-acetyl-1,1,2,4,4,6-heksametyltetrahydronaftalen

p-t-amyl-cykloheksanon

2-n-heptylcyklopentanon

α -iso-metyl-ionon

β -metylnaftyلكeton

Klasse 4 - nitrogenholdige forbindelser

iso-butylkinolin

metylantranilat

Klasse 5 - estere

o-t-butylcykloheksylacetat

dietylfthalat

nonandiol-1,3-diacetat

nonanolid-1,4

i-nonylacetat

i-nonylformiat

fenyletylfenylacetat

Klasse 6 - alkoholer og etere

kanelalkohol

dimyrcetol

1,3,4,6,7,8-heksahydro-

4,6,6,7,8,8-heksametylcyklopenta- γ -2-benzopyran

hydroksymetyl-isopropylcyklopentan

3a-metyl-dodekahydro-6,6,9a-trimetylnafto-2(2,1-b) furan-
tetrahydromuguol.

3. Blekepreparat som angitt i hvilket som helst av de foregående krav, k a r a k t e r i s e r t v e d at peroksy-blekeforbindelsen er et uorganisk persalt, som er valgt blant alkalimetallperborater, alkalimetallperkarbonater, alkalimetallpersilikat og alkalimetallperfosfater.
4. Blekepreparat som angitt i krav 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at peroksy-blekeforbindelsen er valgt blant natriumperborat-monohydrat og natriumperborat-tetrahydrat.
5. Blekepreparat som angitt i hvilket som helst av kravene 1 til 4, k a r a k t e r i s e r t v e d at peroksy-bleke-aktivatoren er valgt blant:
- N,N,N',N'-tetraacetyletylendiamin;
 - N,N,N',N'-tetraacetylglykoluril;
 - glukosepentaacetat;
 - natriumacetofenolsulfonat;
 - natriumnonanoylfenolsulfonat;
 - natriumoktanoylfenolsulfonat; og
 - blandinger derav.
6. Vaskemiddel for tøyvask, k a r a k t e r i s e r t v e d at det inneholder et blekepreparat ifølge krav 1, og 5-40 vekt% anioniske og ikke-ioniske ikke-såpeholdige, vaske-aktive komponenter, idet peroksy-blekeforbindelsen og aktivatoren for denne i blekepreparatet sammen utgjør 1-30 vekt% av produktet og den blekestabile deodorant-parfyme i blekepreparatet utgjør 0,01-5 vekt% av produktet.